

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Možnosti přípravy slitin na bázi Ni-Al-Mo
Possibilities of Ni-Al-Mo based alloys preparation

Ostrava 2015

Vypracovala: Bc. Maralíková Andrea
Vedoucí diplomové práce: Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D.

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Andrea Maralíková**
Studijní program: N3923 Materiálové inženýrství
Studijní obor: 3911T029 Neželezné kovy a speciální slitiny
Téma: Možnosti přípravy slitin na bázi Ni-Al-Mo
Possibilities of Ni-Al-Mo based alloys preparation
Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Zpracování literární rešerše o problematice slitin na bázi Ni3Al se zaměřením na:
 - základní charakteristiku slitin
 - možné technologie přípravy tohoto typu slitin
 - technologie přípravy a následného použití slitin na bázi Ni-Al-Mo
2. Experimentální část
 - hodnocení připravených slitin (odlitků) – kvalita, chemické složení
 - příprava vzorků na hodnocení strukturních a mikrostrukturních charakteristik

Seznam doporučené odborné literatury:


- [1] HERNAS, A., JONŠTA, Z. et al. Žárupevné oceli a slitiny. Žilina, 2002, 392 s.
[2] WESSEL, J. K. The Handbook of Advanced Materials. Hoboken, 2004, 645 s.
[3] DUDOVÁ, M. Creep eutektika NiAl-Mo. Diplomová práce, Masarykova univerzita, vedoucí práce prof. RNDr. A. Dlouhý, CSc., Brno, 2012, 61 s.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D.**

Datum zadání: 28.11.2014

Datum odevzdání: 20.04.2015


prof. Ing. Miroslav Kurs, CSc.
vedoucí katedry




prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka fakulty

Zásady pro vypracování diplomové práce

I.

Diplomovou prací (dále jen DP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání diplomové práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list | 6. Obsah DP |
| 2. Originál zadání DP | 7. Textová část DP |
| 3. Zásady pro vypracování DP | 8. Seznam použité literatury |
| 4. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 9. Přílohy |
| 5. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | |

ad 1) Titulní list je koncipován podle požadavků příslušné oborové katedry.

ad 2) Originál zadání DP student obdrží na své oborové katedře.

ad 3) Tyto „Zásady pro vypracování diplomové práce“ následují za originálem zadání DP. („Zásady pro vypracování diplomové práce“ jsou ke stažení na webových stránkách fakulty).

ad 4) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listu (ke stažení na webových stránkách fakulty) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání DP. V případě, že DP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právníké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním DP.

ad 5) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listu česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.

ad 6) Obsah DP se uvádí na zvláštním listu. Zahrnuje názvy všech očíslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části DP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 7) Textová část DP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním DP;
- Vlastní rozpracování DP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků DP z hlediska stanoveného zadání.

DP bude zpracována v rozsahu min. cca 45 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury).

Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující **doporučené** úpravy - písmo Times New Roman (nebo podobné) 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý – 3 cm, pravý 2 cm. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 9).

Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost. U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury.

Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

- ad 8) DP bude obsahovat alespoň 15 literárních odkazů, z toho nejméně 5 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. **Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690.** Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu DP.

- ad 9) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Diplomovou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra

uprostřed: *DIPLOMOVÁ PRÁCE*

dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní práci také v elektronické formě do IS EDISON. Práce vložená v elektronické formě do IS EDISON se musí zcela shodovat s prací odevzdanou v tištěné formě.

IV.

Nesplnění výše uvedených zásad pro vypracování diplomové práce může být důvodem nepřijetí práce k obhajobě. O nepřijetí práce k obhajobě rozhoduje v tomto případě garant příslušného studijního oboru. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem magisterského, resp. navazujícího magisterského studia fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2014/2015.

Ostrava 4. 11. 2014


Prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 - školní dílo);
- беру на ве́домі, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB - TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo - diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- беру на ве́домі, že odevzdáním své diplomové práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval(a) samostatně.

V Ostravě ..17. 4. 2015.....

..Andruš Maralíkova'....
podpis (jméno a příjmení studenta)

Poděkování:

Mé poděkování patří vedoucí diplomové práce paní Ing. Jitce Malcharczikové, Ph.D. za odborné informace, ochotu, trpělivost a především čas, který mi při konzultacích věnovala. Rovněž bych také chtěla poděkovat panu Ing. Martinu Pohludkovi, Ph.D. za pomoc v laboratořích při přípravě slitin pro mou diplomovou práci.

Při řešení této práce bylo využito zařízení, pořízené v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/01.0040 “Regionální materiálově technologické výzkumné centrum” – zařízení na odstředivé odlévání kovů a slitin Supercast 13, elektroerozivní drátová řezačka typu EDM CHMER W5F a ruční rentgenový spektrometr Delta Professional. Práce byla zpracována díky podpoře projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky, projektu SP 2015/70 “ Specifický výzkum v metalurgickém, materiálovém a procesním inženýrství“ a SP 2015/97.

Anotace

Cílem této diplomové práce je zhodnocení možných technologií pro přípravu slitin na bázi Ni-Al-Mo. V práci jsou popsány základní charakteristiky různých typů niklových slitin a kompozitních materiálů na bázi kovů a jejich využití v praxi. Tyto slitiny se jeví jako perspektivní materiál pro budoucí aplikace, neboť mohou být použity za náročných provozních podmínek. Jejich příprava není ovšem z technologického i finančního hlediska snadná. Pro možnosti přípravy těchto slitin je v této diplomové práci uvedeno několik dostupných technologií. Praktická část je zaměřena na přípravu slitin na bázi Ni-Al-Mo indukčním vakuovým tavením, odstředivým litím a gravitačním litím. Pro přípravu slitin byla použita předslitina vyrobená metodou pásmového plazmového přetavování. Struktura litých vzorků je tvořena fázemi (Ni) + Ni₃Al a ve slitinách s vyšším obsahem molybdenu se dále objevuje fáze NiMo. Tyto slitiny v usměrněném stavu mohou vykazovat charakter kompozitních materiálů typu „in-situ“.

Klíčová slova: slitiny na bázi Ni-Al-Mo, kompozitní materiály, indukční vakuové tavení, odstředivé lití, struktura

Annotation

The aim of this thesis is to evaluate potential technology for the preparation of alloys based on Ni-Al-Mo. This paper describes the basic characteristics of different types of nickel alloys and composite materials based on metals and their use in practice. These alloys are promising material for future applications, as they can be used under challenging operational conditions. Preparing them is not, however, simple from a technological or financial point of view. Several current technologies used for preparing these alloys have been included in the thesis. The practical part is focused on the preparation of Ni-Al-Mo alloys using vacuum induction melting, centrifugal casting and gravity casting. A master alloy produced with bandpass plasma remelting was used for preparing the alloys. The structure of the cast molds is formed in phases (Ni) + Ni₃Al and the NiMo phase subsequently appears in alloys with a higher content of molybdenum. In a channeled state, these alloys may exhibit the character of composite materials of the “in-situ” type.

Key words: alloys based on Ni-Al-Mo, composite materials, vacuum induction melting, centrifugal casting, structure

Obsah

1. Úvod.....	3
2. Superslitiny na bázi niklu.....	4
3. Kompozitní materiály.....	5
3.1. Vlákná a částice	6
3.2. Matrice.....	8
3.3. Kompozity in-situ	9
3.4. Použití kompozitních materiálů.....	10
4. Slitiny na bázi Ni-Al-Mo.....	11
5. Možnosti přípravy slitiny na bázi Ni-Al-Mo	15
5.1. Vakuové indukční tavení (VIM).....	15
5.2. Gravitační lití.....	17
5.3. Odstředivé lití	17
5.4. Skull - Melting (ISM).....	19
5.5. Metoda Exo-Melt TM	20
5.6. Plazma a její využití v metalurgii	22
5.7. Bridgmanova metoda.....	23
6. Cíle práce.....	24
7. Praktická část.....	25
8. Příprava vzorků metodou vakuového indukčního tavení a gravitačního lití.....	25
8.1. Vzorky v usměrněném stavu	27
8.2. Příprava vzorků na hodnocení strukturních charakteristik	27
8.3. Vyhodnocení mikrostruktury.....	29
8.3.1. Slitina v litém stavu	29
8.3.2. Slitina v usměrněném stavu	30
8.4. Fázová analýza	31
8.5. Hodnocení mikrotvrdosti.....	33

8.6.	Stanovení objemového podílu molybdenových částic	34
9.	Příprava vzorků metodou indukčního tavení a odstředivého lití.....	37
9.1.	Hodnocení mikrostruktury.....	40
9.1.1.	Předslitina Ni-Mo	40
9.1.2.	Litý stav	41
9.2.	Fázová analýza	42
9.3.	Hodnocení mikrotvrdosti.....	44
10.	Závěr.....	46
	Seznam použité literatury:	48

1. Úvod

S rozvojem průmyslu neustále dochází k výzkumu a vývoji nových technologií. S vyvíjejícími se technologiemi jsou v současnosti kladeny stále větší požadavky na vhodnou volbu materiálu v mnoha průmyslových odvětvích. Neustále jsou zkoumány materiály vhodné pro práci v náročných podmínkách. Příprava takovýchto materiálů ovšem není snadná a je finančně nákladná, což se také projeví v ceně výsledného produktu.

V poslední době je výzkum niklových slitin zaměřen na materiály s omezeným počtem legujících prvků. Příkladem mohou být slitiny na bázi Ni-Al-Mo, Ni-Al-Cr, Ni-Al-W a Ni-Al-Ti, které patří mezi, takzvané kompozity in-situ s kovovou maticí. Tyto slitiny mají velmi dobré mechanické vlastnosti. Jsou odolné vůči vysokoteplotnímu creepu a proti oxidaci. Jeví se, jako perspektivní materiály určené, například pro výrobu lopatek turbín v leteckém průmyslu. Dále také v oblasti lékařství nebo v dopravním průmyslu pro výrobu pístů a brzdových kotoučů.

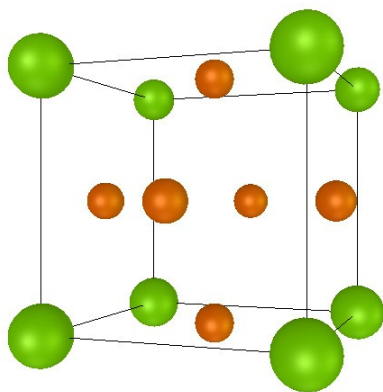
Slitiny na bázi Ni-Al-Mo obsahují ve struktuře zpevňující molybdenová vlákna. Po směrové krystalizaci mohou být tato vlákna různých průměrů. Mezi tyto slitiny patří nedávno vyvinutá slitina s označením IC6SX o nominálním složení Ni-8Al-14Mo (hm. %). In-situ kompozit může být použit v praxi při teplotách vyšších než 1100 °C.

Niklové slitiny je možné vyrobit například metodou vakuového indukčního tavení, odstředivým litím a gravitačním litím. Dále je také možné je připravit metodou Exo-Melt, Skull-Melting nebo použitím plazmy. Praktická část je zaměřena právě na možnost přípravy těchto slitin metodou vakuového indukčního tavení, gravitačního a odstředivého lití.

2. Superslitiny na bázi niklu

Superslitiny na bázi niklu jsou označovány jako žárupevné slitiny. Jsou tvořeny tuhým roztokem γ na bázi niklu a zpevňující fází γ' . Tuhý roztok γ zvyšuje žárupevnost slitiny. Slitina může být tedy používána při teplotách řádově $0,9 T_t$ (tzn. 1000-1100 °C). Tuhý roztok γ má kubickou plošně centrovanou mřížku (fcc) a obsahuje především Co, Cr, Mo a W.

Fáze γ' krystalizuje v uspořádané struktuře typu $L1_2$ (obr. 1) a jedná se o intermetalickou sloučeninu, která má obecný vzorec A_3B . Krystalová mřížka, uvedená na obrázku 1, je složena z atomů hliníku, které zaujímají polohy v rozích mřížky. Naopak atomy niklu se vyskytují ve středu stěn mřížky. Pod složku A spadají elektronegativní prvky, jako Ni, Co, Fe. Naopak pod složku B spadají prvky elektropozitivní, tzn. Al, Mo, Ti apod. Tato fáze se vylučuje z neuspořádaného tuhého roztoku γ . Objemový podíl precipitátů γ' u některých slitin se pohybuje až okolo 70 %. Fáze γ' se vyskytuje ve struktuře slitiny při dosažení 10 hm. % hliníku [1-3].



Obr. 1 Uspořádaná struktura typu $L1_2$ [4]

Fáze γ' je označení intermetalické fáze o základním složení $Ni_3(Al, Ti)$. Materiály na bázi této intermetalické fáze se vyznačují nízkou hustotou, odolností vůči opotřebení, deformaci, únavě, oxidaci a nauhličení. Při zvyšování teploty dochází u této fáze k nárůstu meze kluzu. Výzkumem a vývojem Ni_3Al se zabývaly Národní laboratoře Oak Ridge. Tyto laboratoře vyvinuly bezpečnější proces výroby Ni_3Al s nižšími náklady. Díky těmto výzkumům našly materiály na bázi této intermetalické fáze široké využití. Slitiny na bázi Ni_3Al jsou

v současnosti využívány například pro vybavení pecí, plynové filtry, brzdové komponenty, kontejnery na kyselinu sírovou a solné roztoky, hořáky pecí atd. [5].

V superslitinách na bázi niklu se může objevovat celá řada fází v závislosti na legujících prvcích. Například se může jednat o fázi γ'' (Ni_3Nb) s tetragonální prostorově centrovanou mřížkou. Dále zde může být fáze η (Ni_3Ti) s hexagonální mřížkou, fáze δ s ortorombickou mřížkou, fáze σ s tetragonální prostorově uspořádanou mřížkou. Mohou se vylučovat i různé karbidy, boridy, nitridy, karbonitridy a jiné fáze [1].

Superslitiny na bázi niklu se rozdělují na dvě skupiny. První skupinou jsou tvářené slitiny, druhou slitiny odlévané. Slitiny určené pro tváření lze kovat nebo válcovat do tvaru tyčí, listů či turbínových disků. Tyto slitiny si zachovávají vysokou pevnost až do teploty 870 °C. Mají také dobrou lomovou houževnatost. Odlévané slitiny mají dostatečnou creepovou pevnost za vysokých teplot. Ovšem jejich houževnatost je omezená, protože je nelze deformovat [6].

Superslitiny jsou využívány v mnoha průmyslových oblastech. Používají se především u letadel do turbínových motorů, které pracují za vysokých teplot. Nacházejí své uplatnění také v raketových motorech, chemickém i ropném průmyslu. Jsou tedy využívány pro nejnáročnější aplikace, protože jsou schopny zachovávat si pevnost i při dlouhodobému vystavení teplot nad 650 °C, mají dobrou nízkoteplotní tažnost a jsou odolné vůči korozi. Odolnost vůči vysokoteplotní korozi lze zvýšit nanášením ochranné vrstvy na povrch superslitiny [2].

Žárupevné materiály musí tedy splňovat určité požadavky pro jejich aplikace v průmyslu. Mezi tyto požadavky patří kromě již zmiňované pevnosti za vysokých teplot a odolnosti vůči korozi, také vysoká mez kluzu, odolnost proti křehkému porušení, odolnost vůči tepelné únavě, vysoký součinitel tepelné vodivosti, nízký součinitel teplotní roztažnosti, svařitelnost, tvářitelnost a nízká cena [7].

3. Kompozitní materiály

Některé niklové slitiny mají charakter kompozitu. Kompozitní materiál je materiál, který se liší od makroskopicky homogenních materiálů a je tedy složen ze dvou a více složek. Materiály jsou od sebe chemicky odlišné a zastávají funkci matrice a výztuže. Pro výztuž se používá materiál, který je obvykle tvrdší a tužší než matrice. Kompozity se rozdělují dle rozměrů výztuže na mikrokompozitní, makrokompozitní a nanokompozitní materiály.

Mikrokompozity, které se používají ve strojírenství se dále rozdělují dle matrice. Matrice může být polymerní, kovová, uhlíková, skleněná, sklokeramická a keramická.

Kompozity můžeme rozčlenit také na základě tvaru výztuže. Dle tohoto členění rozlišujeme vláknové a částicové kompozity. Vláknové mohou být s kontinuálními nebo krátkými vlákny. Pod částicové kompozity spadají sférické nebo destičkovité částice [8].

Mezi specifické vlastnosti kompozitů patří vysoká pevnost při únavovém zatížení, nízká hmotnost, odolnost vůči korozi, odolnost vůči vysokým teplotám, necitlivost k chemickým látkám používaných v strojírenství (oleje, barvy, rozpouštědla), odolnost proti nárazům, ohnivzdornost, výborné tepelně izolační, mechanické a technologické vlastnosti [9].

3.1. Vlákná a částice

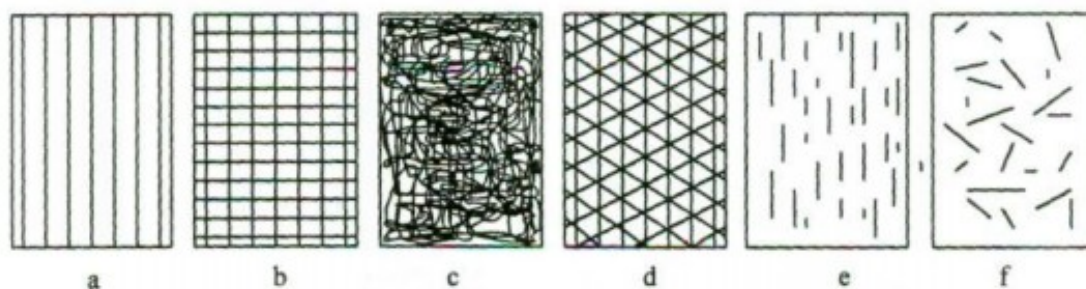
Částice používané jako výztuž, jak bylo uvedeno dříve, mohou být sférické nebo ve tvaru destiček. Částice ve tvaru destiček jsou považovány za aktivní částice. Významně zpevňují matici. U částic sférického tvaru je velmi důležitý jejich rozměr. Pokud jsou příliš malé, pak je obtížné dosáhnout jejich rovnoměrného rozptýlení. Naopak, jsou-li příliš velké, mohou nepříznivě ovlivnit pevnostní charakteristiky materiálu.

Vláknové kompozity mohou mít vlákna různě orientována (obr. 2). Vlákná dosahují průměru 5-15 μm a jsou dodávány navinuté na cívce válcového tvaru nebo ve formě textilií. Kompozity mohou obsahovat několik stovek až tisíc vláken. Z materiálů se pro výrobu vláken používá:

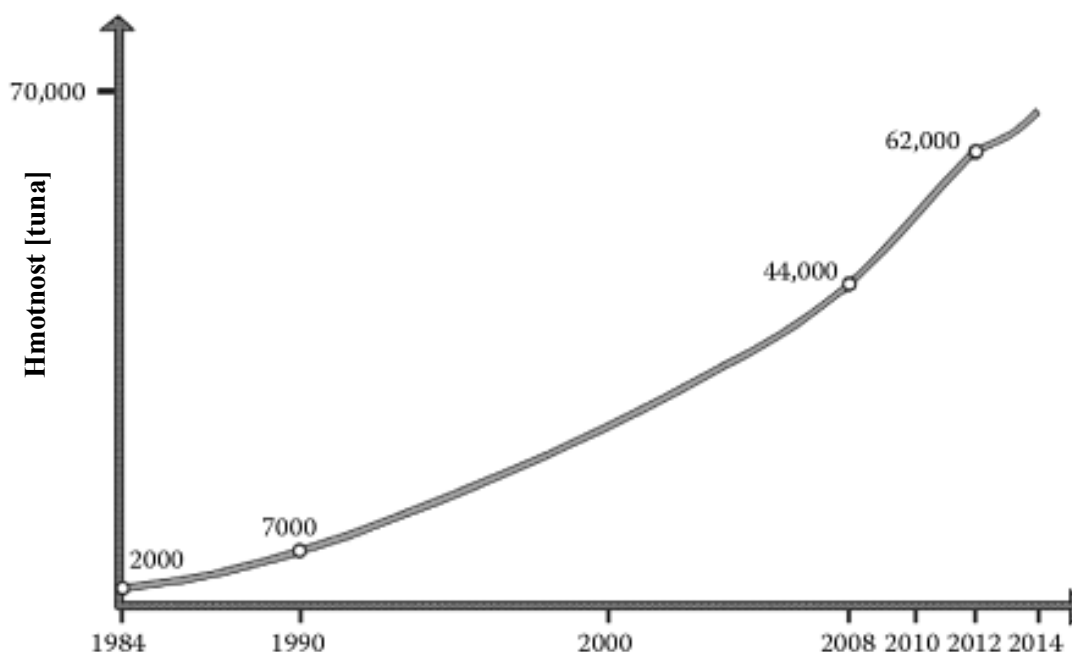
- ❖ sklo
- ❖ aramid nebo Kevlar® (velmi lehké)
- ❖ uhlík
- ❖ bor
- ❖ karbid křemíku
- ❖ polyetylen s vysokou hustotou
- ❖ přírodní vlákna (len, konopí apod.)

Skelná vlákna se vyrábějí tažením roztaveného skla ve sklářských pecích. Kevlarová vlákna jsou aramidová vlákna nažloutlé barvy. Jedná se o obchodní značku firmy DuPont, která sídlí v USA. Tato vlákna se vyrábí z aromatických polyamidů. Vlákná vyrobená z uhlíku se získávají oxidací polyakrylonitrilu při teplotě 300 °C a následným ohřevem při

teplotě 1500 °C v atmosféře dusíku. Na obrázku 3 je zobrazen rapidní nárůst výroby uhlíkových vláken od roku 1984 do roku 2014. Vlákná z bóru se vyrábějí použitím wolframového vlákna, které slouží pro katalytickou reakci mezi chloridem boru a vodíkem, přičemž jsou získávána vlákna o průměru přibližně 100 μm. Metodou CVD (chemická depozice z plynné fáze) se vyrábějí vlákna z karbidu křemíku. Tato metoda probíhá při teplotě 1200 °C reakcí methyltrichlorsilanu s vodíkem [8-9].



Obr. 2 Orientace vláken v kompozitních materiálech: a) jednosměrné uspořádání (dlouhá vlákna), b) dvousměrné vyztužení, c) náhodně uspořádaná vlákna, d) víceosé vyztužení, e) jednosměrné uspořádání (krátká vlákna), f) náhodná orientace vláken (krátká vlákna) [8]

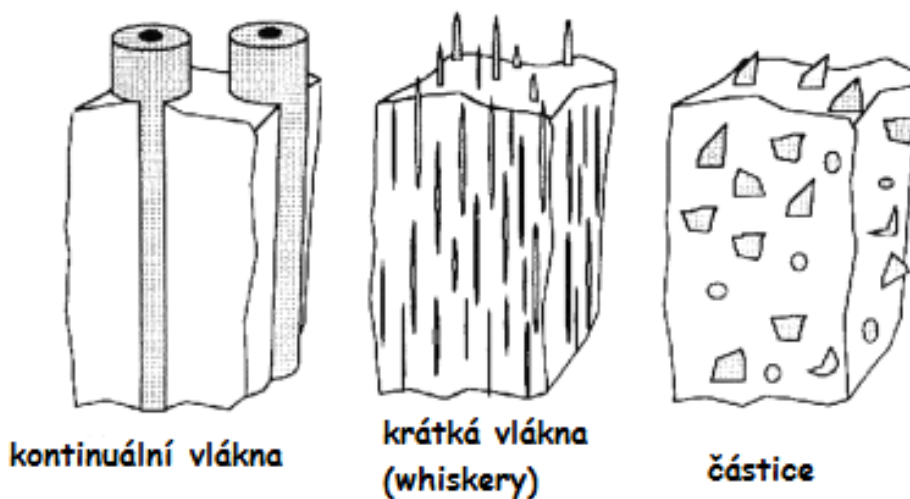


Obr. 3 Nárůst výroby uhlíkových vláken v průmyslu za posledních 30 let [9]

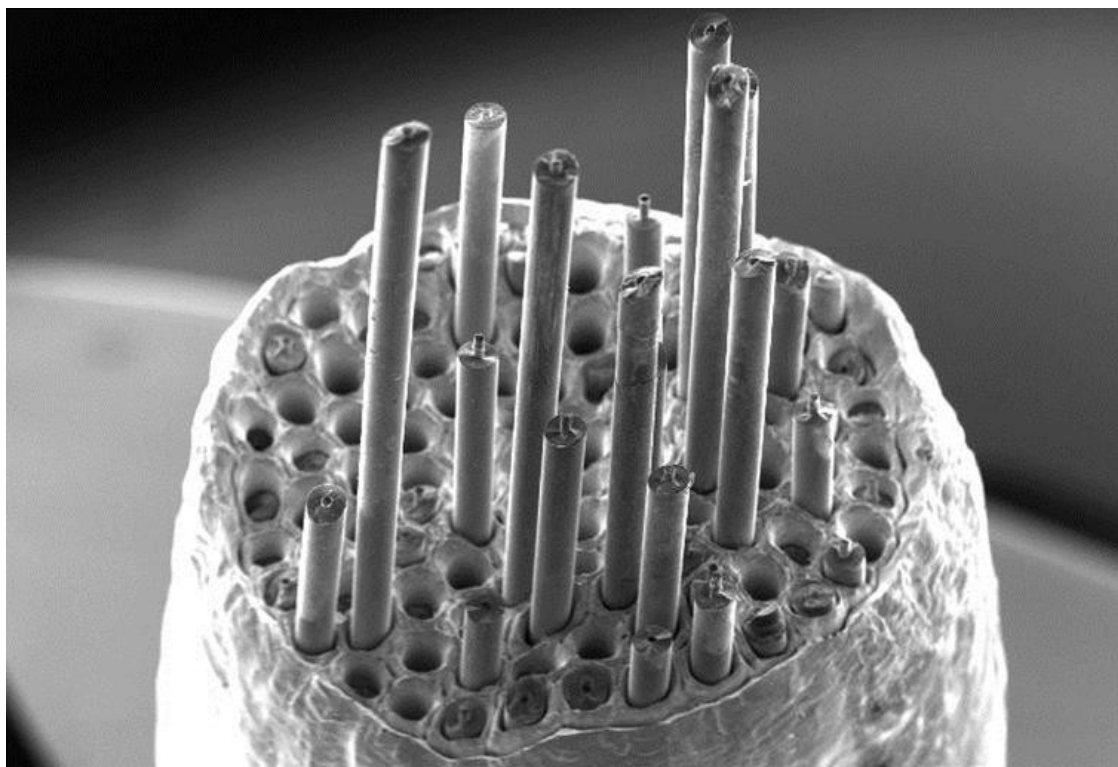
3.2. Matrice

Matrice plní funkci pojiva výztuže. Větší poměrné prodloužení při tahovém napětí než mezní prodloužení vláken mají kovové a polymerní matrice. Naopak je tomu u keramické, skelné, sklokeramické a uhlíkové matrice. Z materiálů pro polymerní matrice se používají například polypropyleny, polyamidy, polyestery, fenoly, silikony, polyuretany, epoxidy. Minerální matrice jsou na bázi karbidu křemíku a uhlíku. Jsou odolné vůči vysokým teplotám. Pro kovové matrice se používají například hliníkové a titanové slitiny [8-9].

V poslední době se výzkum zaměřil i na kompozity na bázi kovů, tzv. Metal Matrix Composites (MMC). Jeví se jako alternativní materiál pro oblasti průmyslu, kde je zapotřebí snížená hmotnost materiálů. Tyto materiály mají specifické výhody mezi, které patří zvýšená odolnost proti nárazům a proti creepu za vysokých teplot, zvýšená únavová pevnost a mez kluzu a také odolnost vůči korozi. V průmyslu mohou najít uplatnění v oblasti lékařství, kde je požadována vysoká odolnost vůči korozi a biokompatibilita. Dále se například může také použít v dopravním průmyslu, jako vhodný materiál pro klikové skříně, písty nebo brzdové kotouče. Mohou být vyrobeny pomocí práškové metalurgie, procesů tavení a odlévání a dalších metod. Na obrázku 4 je zobrazeno rozložení vláken v kovové matrici. Obrázek 5 znázorňuje uspořádání SiC vláken v měděné matrici [10-11].



Obr. 4 Možnosti rozložení vláken u kompozitních materiálů [10]



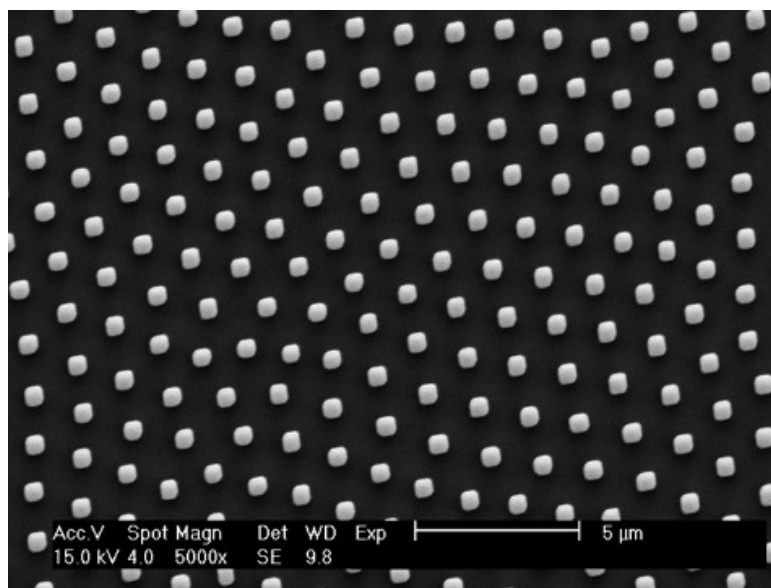
Obr. 5 Struktura vláken na bázi SiC v měděné matrici [11]

3.3. Kompozity in-situ

Kompozity in-situ jsou tvořeny kovovou maticí a zpevňujícími vlákny. Mohou být připraveny pomocí směrové krystalizace. Na obrázku 6 je zobrazena mikrostruktura kompozitu in-situ NiAl-Mo. Struktura tohoto kompozitu je zpevněna molybdenovými vlákny. Kompozity in-situ nejsou široce komerčně využívány a to vlivem anizotropie jejich vlastností. Tudiž takové látky vykazují v různých směrech souřadného systému různé vlastnosti. Kromě anizotropie spočívá jejich omezení také na základě ekonomického hlediska. Konkrétními příklady in-situ kompozitů jsou slitiny CoTaC, NiTaC a γ/γ' . CoTaC a NiTaC jsou zpevněny karbidy TaC. Mezi kompozity in-situ patří také slitiny na bázi Ni-Al-Mo. Nevýhodou u slitin CoTaC je ztráta pevnostních vlastností při dlouhodobém účinku vysokých teplot. Slitiny Ti/TaC zpevněné vlákny TaC mají dobrou tvárnost a odolnost proti tepelné únavě [1].

Kompozity in-situ lze připravit reaktivními a nereaktivními procesy. Výhodou reaktivního procesu, založeného na exotermické reakci, na základě které vzniká vyztužená fáze, je vznik čistého rozhraní. Nereaktivní metodou vzniká výztuž a matrice in-situ kompozitu na základě dvoufázových systémů. Dvoufázovými systémy jsou míněny například eutektické nebo monotektické slitiny. Po směrové krystalizaci slitin dochází k oddělení těchto dvou fází. Co se týče výhod při přípravě kompozitů směrovou krystalizací, tak lze určitě uvést

termodynamickou stabilitu fází i za vysokých teplot. Naopak nepříznivé je, že složení slitiny je omezeno odpovídající fázovou rovnováhou, potřebnou k eutektickému růstu, což je nevýhodou tohoto způsobu přípravy [12].



Obr. 6 Směrově krystalizovaný kompozit (in-situ) NiAl-Mo [12]

3.4. Použití kompozitních materiálů

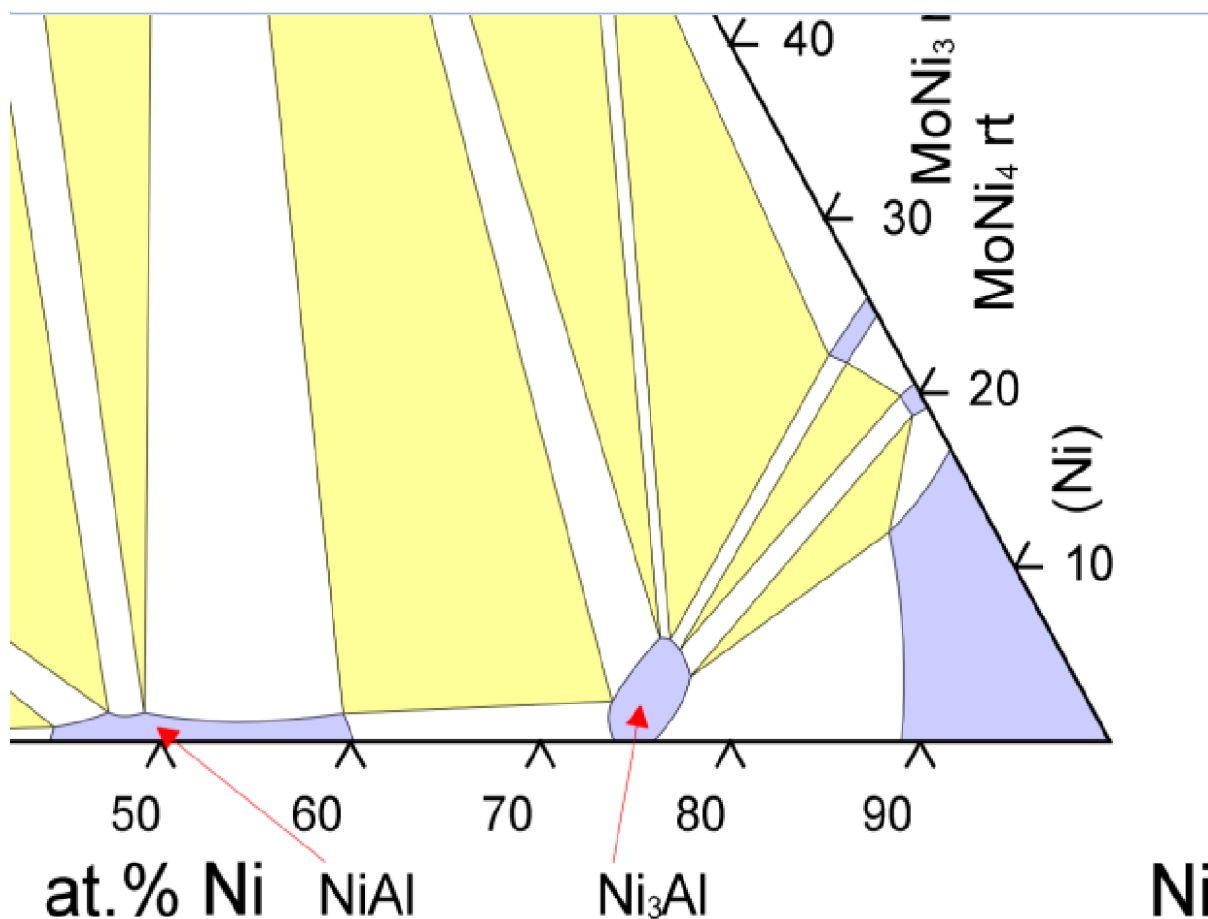
Kompozitní materiály jsou využívány v mnoha oblastech průmyslu. V tabulce 1 jsou uvedeny oblasti využití kompozitů s konkrétními příklady.

Tab. 1 Využití kompozitních materiálů v průmyslu [9]

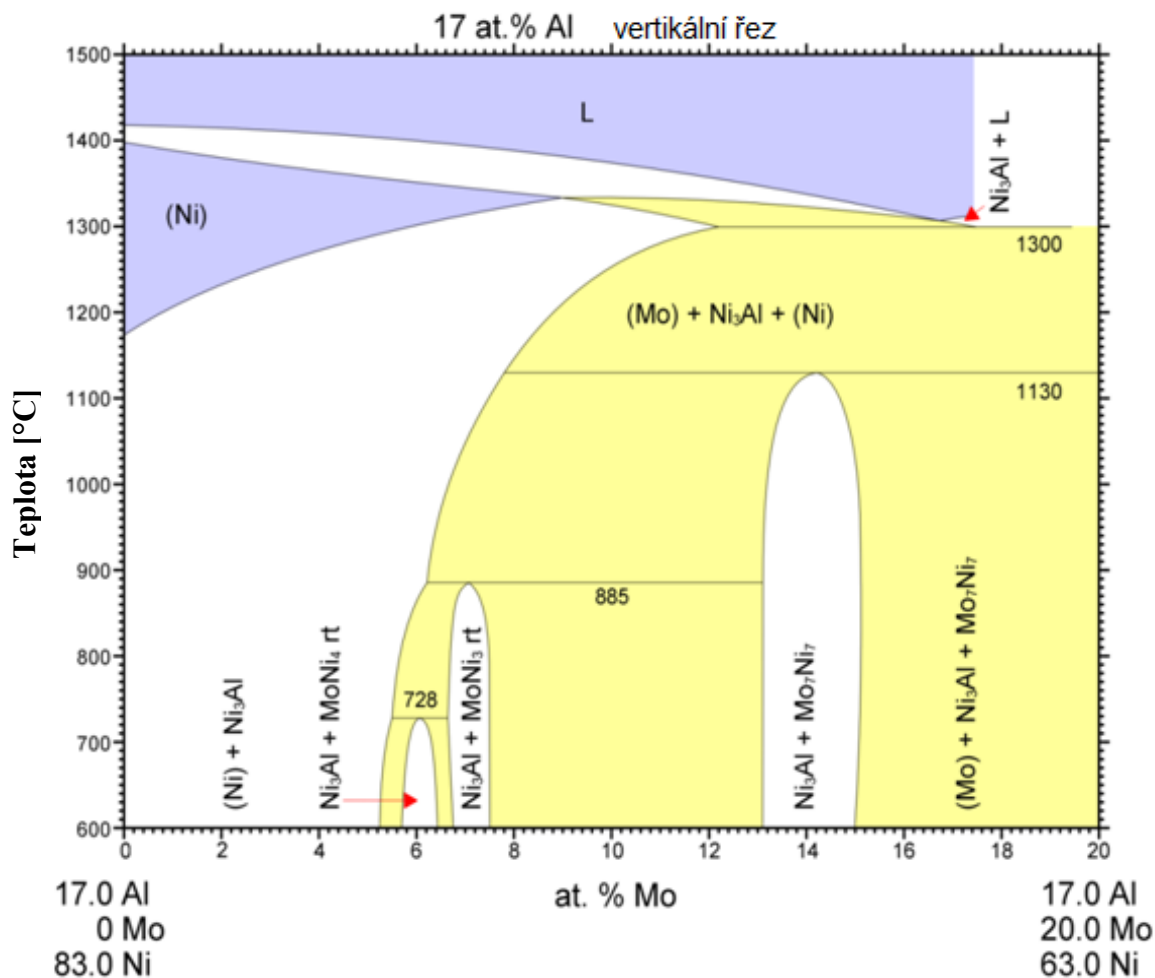
Oblast použití	Aplikace
Elektrický a elektronický průmysl	Izolace, jističe, tištěné obvody, kryty, antény, větrné turbíny
Stavební	Komíny, forma na beton, bazény, fasádní panely, profily
Silniční doprava	Kola, štíty, podvozek, pouzdra, pružiny, přívěsy
Železniční doprava	Vagóny, dveře, ventilační pouzdra, konstrukční díly
Námořní doprava	Vznášedla, kánoe, výletní lodě, plachetnice
Letecká doprava	Kluzáky, drony, letecké motory, brzdové kotouče letadel
Kosmonautika	Nádrže, trysky, tepelné štíty
Strojírenství	Ložiska, pouzdra, setrvačníky, robotické paže
Sport	Lyže, rybářské pruty, oštěpy, golfové hole, tenisové rakety

4. Slitiny na bázi Ni-Al-Mo

Ternární eutektické slitiny na bázi Ni-Al-Mo patří mezi směrově krystalizované in-situ kompozity. V popředí zájmu jsou slitiny na bázi NiAl-Mo a Ni_3Al -Mo, kdy se po směrové krystalizaci mohou ve struktuře objevit molybdenová vlákna o různém průměru a objemovém podílu v závislosti na podmínkách krystalizace. Příkladem je slitina obsahující fázi NiAl s přídavkem molybdenu o nominálním složení Ni-45,5Al-9Mo (at. %). V tomto případě byl stanoven podíl molybdenových vláken 14 % [13]. Do skupiny těchto slitin patří také slitina označovaná IC6SX obsahující fázi Ni_3Al legovaná molybdenem. Slitina IC6SX má nominální složení Ni-8Al-14Mo (hm. %) [12,14,15,16]. Struktura této slitiny v usměrněném stavu také může obsahovat molybdenová vlákna, což odpovídá fázovému složení systému dle výseku z ternárního diagramu na obrázku 7 [14]. Na obrázku 8 je zobrazen řez ternárním diagramem pro odpovídající obsah hliníku v at. % [14].

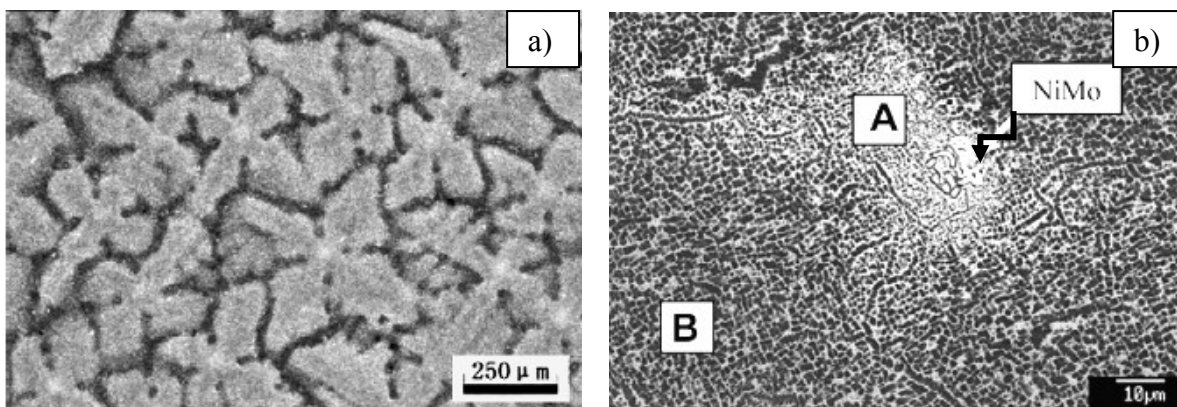


Obr. 7 Výsek ternárním diagramem [14]



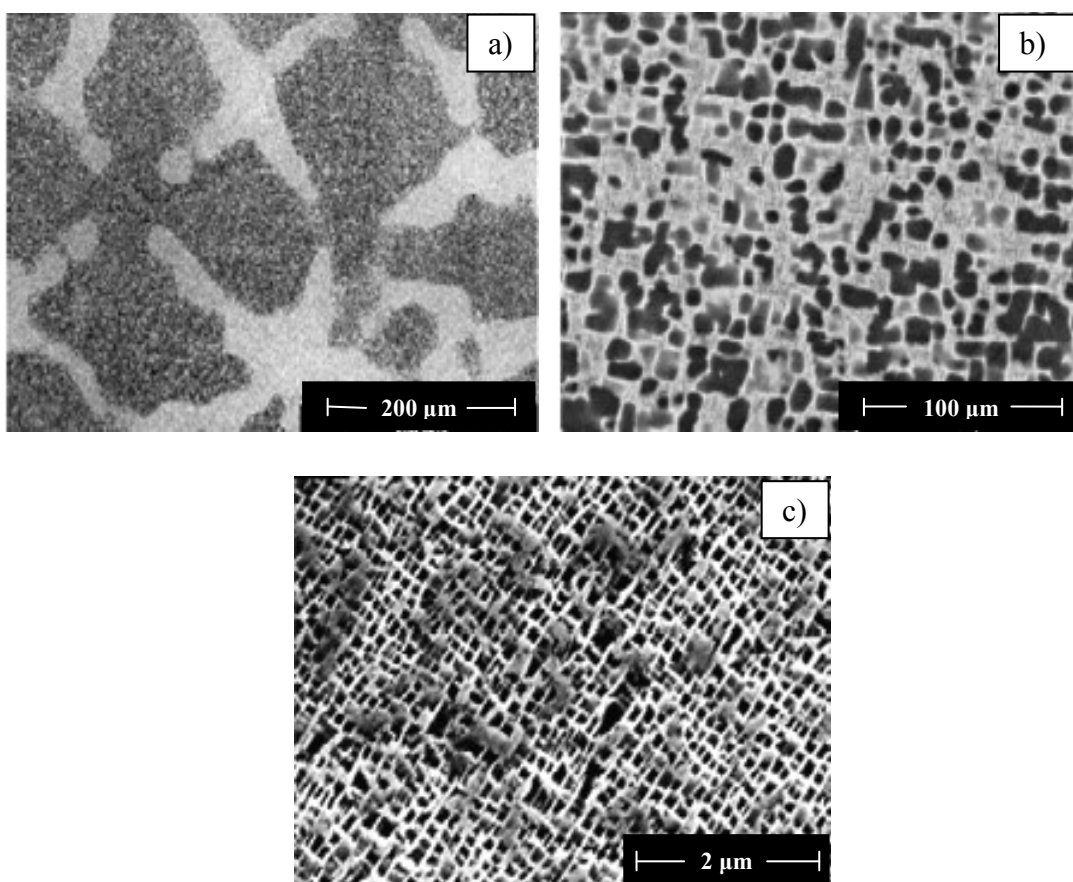
Obr. 8 Řez ternárním diagramem [14]

Autoři článku [16] prováděli tepelné zpracování vzorků slitiny IC6SX při různých teplotách. Na litých vzorcích byla pozorována dendritická struktura obsahující fázi $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Mo})$ označovanou jako fázi γ' , dále tuhý roztok hliníku a molybdenu v niklu (γ) a fázi NiMo . Struktura litých vzorků je zobrazena na obrázku 9, kde tmavá oblast představuje fázi γ' , šedá oblast fázi γ a bílá oblast fázi NiMo . Na obrázku 9 b) jsou naznačeny mezidendritické (A) a dendritické oblasti (B). Mezidendritická oblast obsahuje fázi γ' o velikosti 0,1-0,3 μm . Naopak v dendritické oblasti je velikost fáze γ' větší (3-5 μm) a to proto, že v dendritické oblasti dochází dříve k nukleaci a růstu fáze γ' než v mezidendritické oblasti [16].



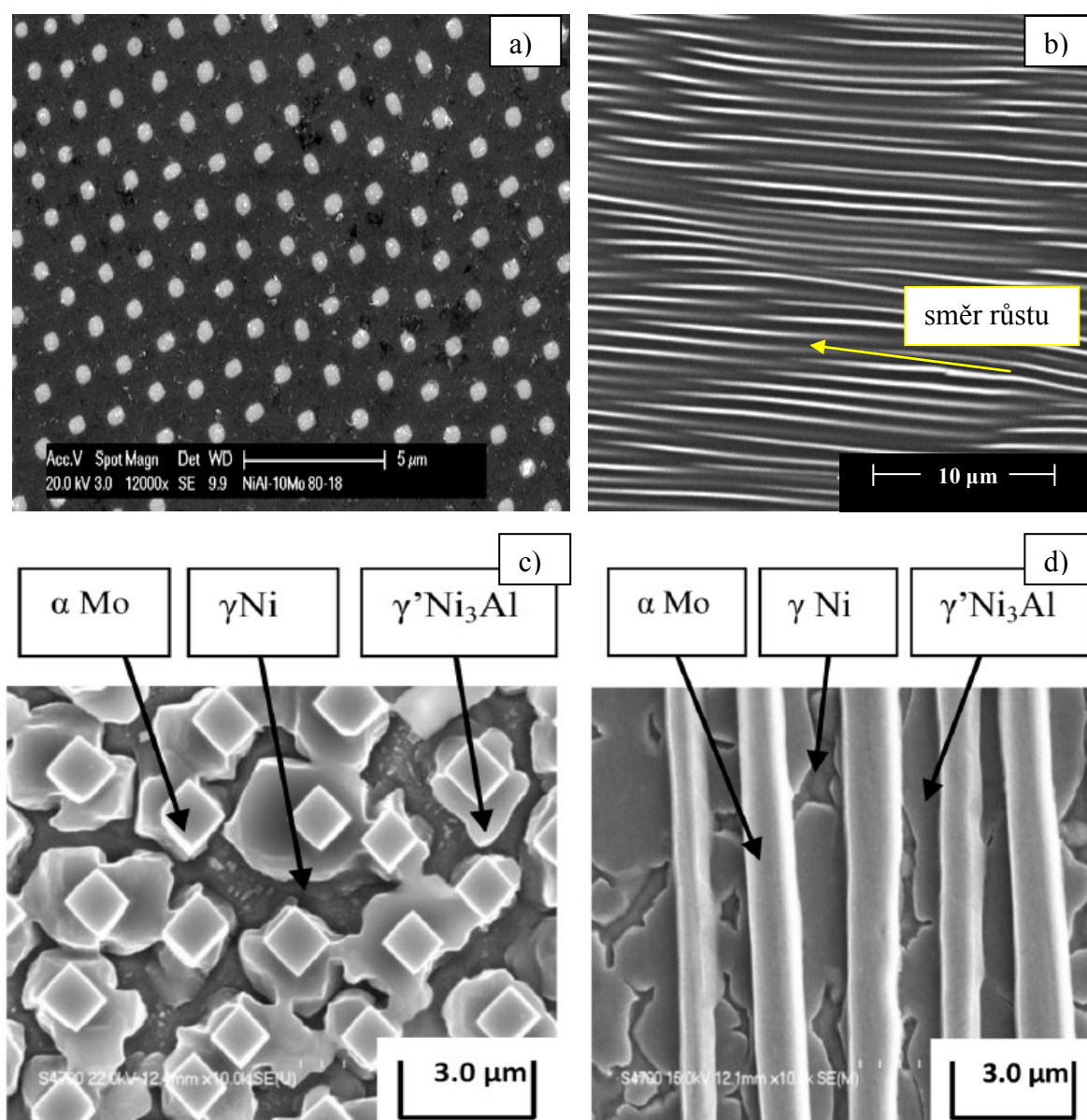
Obr. 9 Pozorování mikrostruktury litých vzorků slitiny IC6SX pomocí: a) optického mikroskopu, b) skenovacího elektronového mikroskopu [16]

Na obrázku 10 je vidět mikrostruktura tepelně zpracovaných vzorků, při teplotě 1240°C. Obrázek 10 b) znázorňuje dendritickou oblast, ve které došlo k částečnému rozpuštění fáze γ' . V mezidendritické oblasti, na obrázku 10 c), byla γ' fáze zcela rozpuštěna společně s fází NiMo [16].



Obr. 10 Mikrostruktura vzorků po tepelném zpracování: a) dendritická struktura, b) dendritická oblast, c) mezidendritická oblast [16]

U slitin na bázi Ni-Al-Mo po směrové krystalizaci je molybden přítomen ve formě vláken. Řízením podmínek tuhnutí slitiny mohou být vlákna poměrně dlouhá. Kompozit IC6SX je možno využít v praxi při teplotách vyšších než 1100 °C, například pro lopatky turbín v letadlech. Na obrázku 11 je zobrazeno rozložení molybdenových vláken v příčném i podélném řezu vzorku kompozitu Ni-Al-Mo. Vzorky byly směrově krystalizovány s rychlostí posuvu 20 mm/h a 80 mm/h. Obrázek 11 b) znázorňuje směr růstu molybdenových vláken. Snímky 11 c) a d) popisují jednotlivé fáze v mikrostruktuře. Molybdenová vlákna mají v příčném řezu čtvercový tvar. V podélném řezu jsou vlákna poměrně dlouhá a jsou orientována ve směru tuhnutí. Snímky jsou pořízeny ze skenovacího elektronového mikroskopu. Vlákna vykazují pravidelnou distribuci v matici NiAl [12,15-19].



Obr. 11 Tvar molybdenových vláken: a), c) v příčném řezu; b), d) v podélném řezu [18,19]

5. Možnosti přípravy slitiny na bázi Ni-Al-Mo

Ternární eutektická slitina na bázi Ni-Al-Mo se jeví jako perspektivní materiál pro náročné technologické operace. Její použití spadá zejména do oblasti průmyslu, ve kterém musí materiály odolávat vysokým teplotám. Zachování vlastností materiálu za náročných podmínek závisí především na vhodné přípravě materiálu.

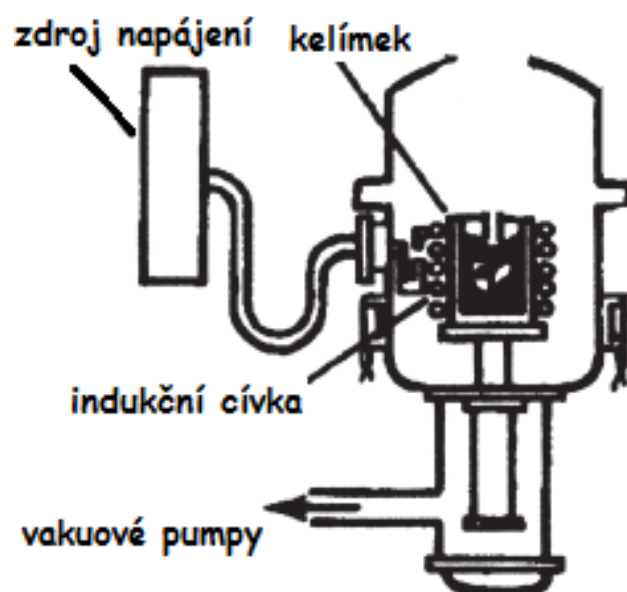
5.1. Vakuové indukční tavení (VIM)

Metoda vakuového indukčního tavení je využívána pro výrobu výkonných materiálů v mnoha oblastech průmyslu, zejména pro letecký průmysl. Tato metoda byla vyvinuta pro výrobu superslitin v roce 1950. Používá se nejčastěji pro výrobu niklových superslitin používaných pro vysokoteplotní aplikace, nerezových ocelí v jaderném průmyslu, kobaltových slitin ve zdravotnictví, slitin mědi vysoké čistoty a magnetických slitin s vysokou permeabilitou. Využívá se také pro výrobu slitin hliníku s přídavnými prvky jako zirkonium, titan, beryllium, kadmium, telur. Slitiny hliníku musí být nataveny v prostředí vakua nebo inertního plynu, a to z důvodu vysoké reaktivity s kyslíkem. Patří mezi perspektivní metody pro výrobu slitin na bázi Ni-Al-Mo.

Mezi výhody metody VIM, patří:

- ❖ nízké ztráty legujících prvků vlivem oxidace
- ❖ flexibilita
- ❖ přesné řízení teploty
- ❖ nízká úroveň znečištění životního prostředí
- ❖ výsledný produkt je homogenní a má vysokou čistotu
- ❖ odstranění rozpuštěných plynů (vodík, dusík)

Proces tavení probíhá v indukční peci, která je uzavřena v ocelové pecní komoře (obr. 12). Uvnitř pecní komory se vytvoří vakuum pomocí vakuových čerpadel. K ohřevu vsázky dochází průchodem elektrického proudu přes vodou chlazené indukční cívky, které jsou vyrobené z mědi. Průchodem elektrického proudu přes cívky dochází ke vzniku magnetického pole. Vlivem magnetického pole dochází ke vzniku vířivých proudů, které následně nataví daný materiál. Vznik sekundárního magnetického pole zapříčiní promíchání roztaveného materiálu. Na obrázku 13 je zobrazena vakuová indukční pec používaná v provozu [20-21].



Obr. 12 Schéma indukční pece [21]

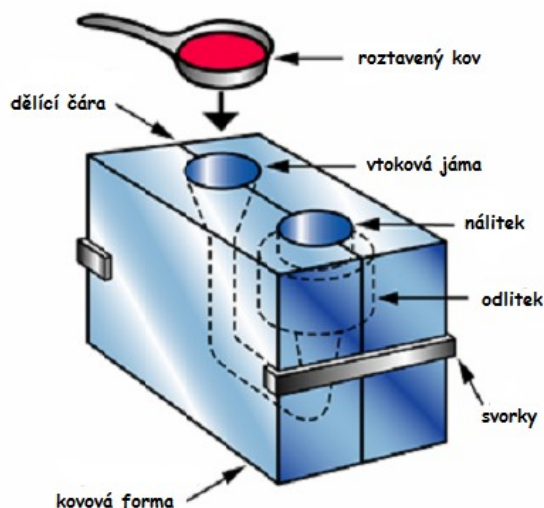


Obr. 13 Vakuová indukční pec [20]

5.2. Gravitační lití

Metoda gravitačního lití využívá pro vyplnění formy roztaveným kovem gravitační sílu. Vlivem vlastní tíhy roztaveného kovu tudíž dochází k vyplnění formy, která může být písková nebo kovová. Kovová forma (kokila) může být vyrobena z litiny, oceli nebo hliníku. Odlévání kovu do kovové formy je označováno za metodu přesného lití a jedná se o velmi produktivní metodu.

Kov v tekutém stavu se odlije působením gravitace do kovové formy bez vnějšího tlaku. Dochází k tuhnutí taveniny kovu. Po utuhnutí se vzniklý odlitek vyjme z kovové formy. Rychlost ochlazování tekutého kovu bývá při použití kovové formy vyšší než v případě použití pískové formy. Mezi další výhody při použití kovové formy patří dosažení jemnozrnné struktury odlitku a jeho tvarová i rozměrová přesnost. Naopak nevýhodou je poměrně drahá forma a potřeba tepelného zpracování odlitků, a to z důvodu snížení vnitřního pnutí [22-23]. Schéma odlévání roztaveného kovu do kovové formy metodou gravitačního lití je znázorněno na obrázku 14 [24]. Gravitační lití je metoda pomocí, které mohou být připraveny slitiny na bázi Ni-Al-Mo.



Obr. 14 Schéma procesu lití do kovové formy [24]

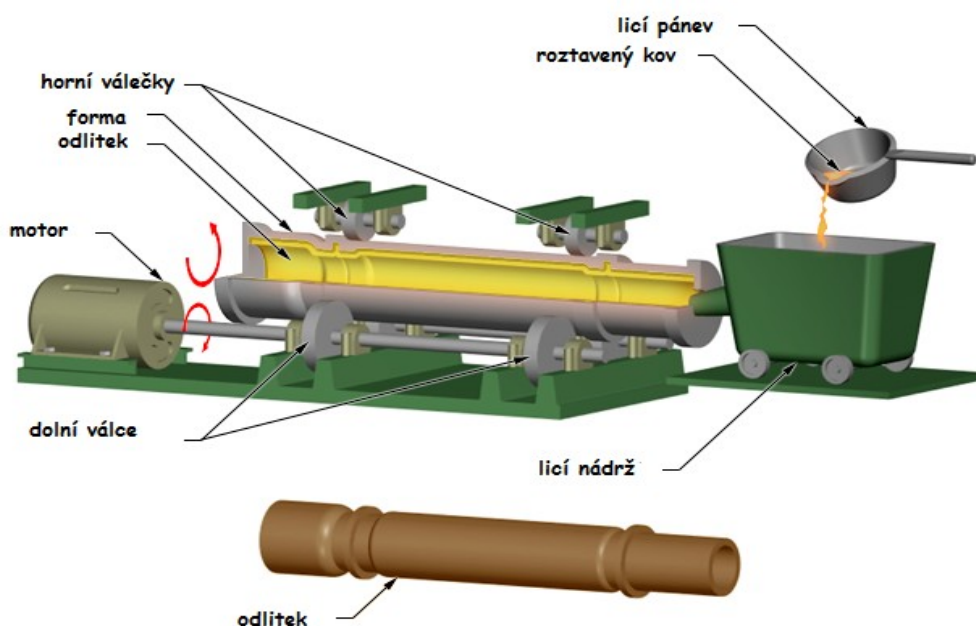
5.3. Odstředivé lití

Velmi produktivní metodou pro výrobu odlitků je metoda odstředivého lití. Odlévání může probíhat dle polohy kokily v horizontálním nebo vertikálním směru. Odstředivé lití se rozděluje na pravé odstředivé lití, poloodstředivé lití a odstředování. Při odstředování

dochází k rotaci formy až po jejím naplnění roztaveným kovem. Využitím metody poloodstředivého lití je roztavený kov nalit do rotující formy při nižších otáčkách než v případě pravého odstředivého lití.

V praxi se často využívá horizontální lití. Jako zařízení se používá horizontální odstředivý lící stroj. Roztavený kov je nalit prostřednictvím lící pánve do rotující formy. Stěny formy jsou potaženy žáruvzdorným keramickým povlakem. Forma, která může být vyrobena z oceli, litiny nebo grafitu se otáčí okolo své osy při vysoké rychlosti. Rychlost otáčení se pohybuje od 300 až po 3000 otáček za minutu. Na roztavený kov působí v kokile odstředivá síla. V důsledku působení odstředivé síly daný materiál přilne na stěnu formy. Postupně dochází k vyplnění formy roztaveným kovem. Materiál tuhne směrem od stěny do středu formy. Tuhnutí je poměrně rychlé. Při použití této metody obsahuje odlitek různé nečistoty a plyny a také dochází ke vzniku strusky. Odlitek musí být poté podroben procesům, jako je obrábění nebo broušení. Výsledkem je čistý a hladký vnitřní povrch součásti.

Odstředivým litím lze vyrábět ložiska, pouzdra, tlakové nádoby, trysky a další součásti. Tato metoda je hojně využívána v leteckém nebo námořním průmyslu. Z materiálů lze odlévat například nízkolegovanou ocel, nerezovou ocel, hliník, měď, hořčík a nikl. Mezi výhody tohoto procesu patří nízké náklady na zařízení, malé množství odpadu, dobré mechanické vlastnosti a dosažení jemnozrnné struktury odlitku [25-28]. Na obrázku 15 je zobrazeno zařízení pro horizontální odstředivé lití a na obrázku 16 je toto zařízení používané v provozu.



Obr. 15 Schéma zařízení pro odstředivé lití [26]

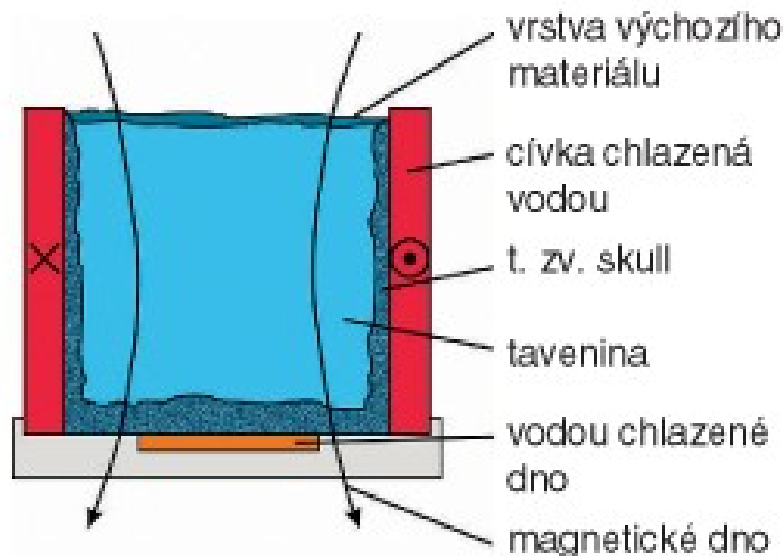


Obr. 16 Metoda odstředivého lití [27]

5.4. Skull - Melting (ISM)

Další možností pro přípravu slitiny na bázi Ni-Al-Mo je metoda Skull-Melting. Používá se pro tavení reaktivních kovů s vysokou teplotou tání, například tantal, niob, zirkonium a titan. Často se také využívá pro tavení elektricky nevodivých materiálů (sklo, oxidy). Jedná se o poměrně rychlou metodu tavení poskytující kvalitní produkty. Mezi výhody patří vysoká účinnost procesu a čistota výsledných materiálů. Dále také nízký obsah vměstků, zajištění homogenní taveniny a nízké tepelné ztráty.

Metoda Skull – Melting používá vodou chlazený měděný kelímek, ve kterém je uložena vsázka. Působením indukční cívky je vyvoláno magnetické pole, které prochází přes kelímek a způsobí ohřev vsázky. Magnetické pole, také zajišťuje míchání vsázky. Tavenina je poté homogenní. Při tavení vsázky vzniká tenká ztuhlá vrstva podél stěn kelímku, nazývaná Skull. Uvnitř této vrstvy je vsázka roztavená. Tato vrstva brání přímému kontaktu vsázky se stěnami kelímku. Nedochází tak ke kontaminaci vsázky. Tavení může probíhat ve vakuu nebo v ochranné atmosféře. Jako zařízení se používá indukční vakuová pec. Princip tohoto procesu je zobrazen na obrázku 17 [29-30].



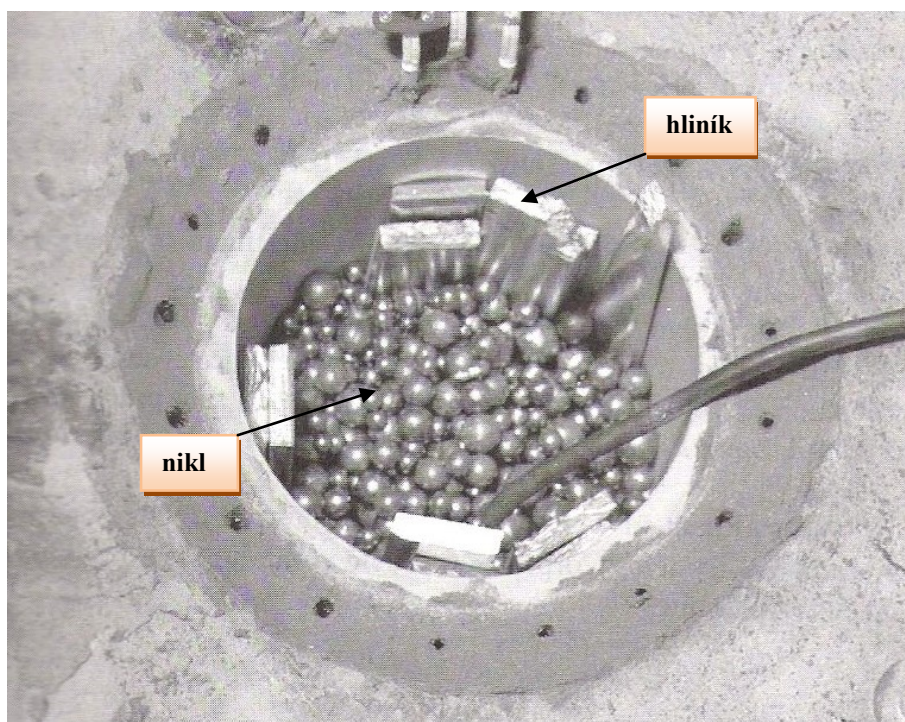
Obr. 17 Princip procesu Skull - Melting [30]

5.5. Metoda Exo-Melt™

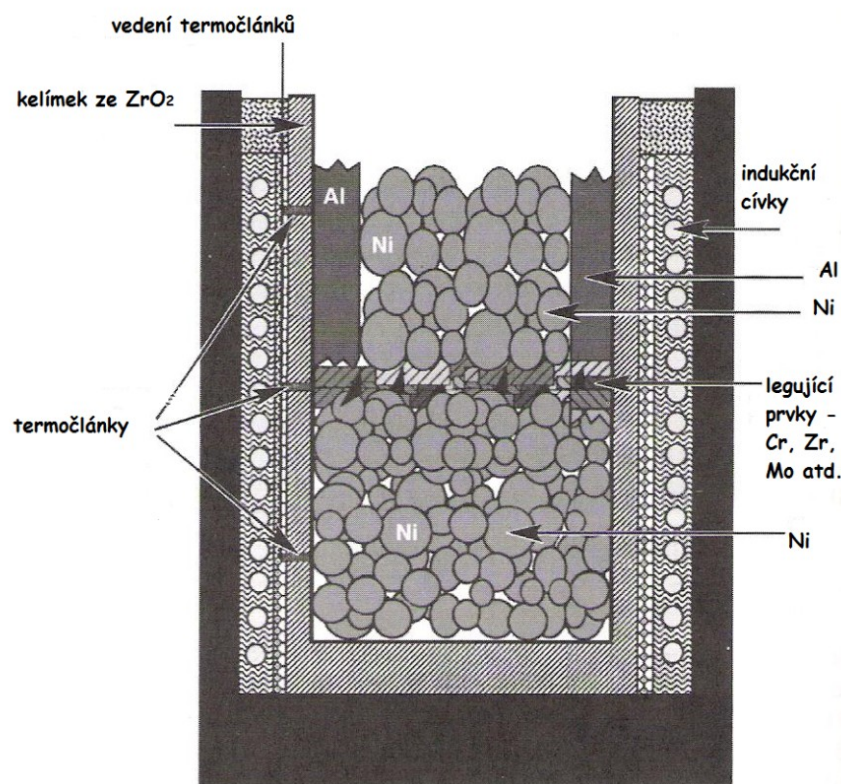
Další vhodnou metodou pro přípravu slitin na bázi Ni-Al-Mo je metoda Exo-Melt. Metoda Exo-Melt využívá exotermickou reakci ke vzniku intermetalické sloučeniny. Například vsázka tvořená směsí hliníku a niklu je vhodná pro přípravu intermetalické sloučeniny Ni_3Al . Rovněž můžeme touto metodou připravit také intermetalickou sloučeninu Fe_3Al , reakcí mezi železem a hliníkem. Proces Exo-Melt spočívá nejprve ve vložení vsázky do pece, kdy v dolní části je přítomen pouze nikl. Naopak v horní části pece je uložen nikl obklopený požadovaným množstvím hliníku potřebného ke vzniku fáze NiAl (obr. 18). Mezi těmito dvěma vrstvami jsou vloženy legující prvky, jako jsou chrom, zirkonium, molybden a bor. Kelímek se ohřeje na teplotu $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ pomocí indukčních cívek. Dochází k ohřevu vsázky a roztavení hliníku. Hliník reaguje s niklem za vzniku fáze NiAl . Při této reakci vzniká značné množství tepla. Díky tomu dojde k roztavení legujících prvků. Ve spodní části poté dochází k reakci NiAl se zbylým hliníkem a niklem. Výsledkem této reakce je vytvoření Ni_3Al . Princip tavení kovů metodou Exo-Melt je znázorněn na obrázku 19.

Kelímky pro proces Exo-Melt mohou být vyrobeny například z MgO , BeO nebo ZrO_2 . Při použití MgO je kelímek stabilnější než z Al_2O_3 až do teploty $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nad touto teplotou je naopak mnohem více stabilní Al_2O_3 . ZrO_2 má za nižších teplot nižší stabilitu než MgO a Al_2O_3 , ale je stabilnější za vysokých teplot. Kelímek vyrobený z BeO je méně dostupný a také dražší. Mezi výhody procesu Exo-Melt patří kratší doba tavení a odolnost proti oxidaci

legujících prvků vlivem rychlého ohřevu vsázky. Dále nízká spotřeba energie využitím exotermického tepla, čímž se tento proces stává ekonomičtější [5,31].



Obr. 18 Uspořádání vsázky v horní části kelímku [5]



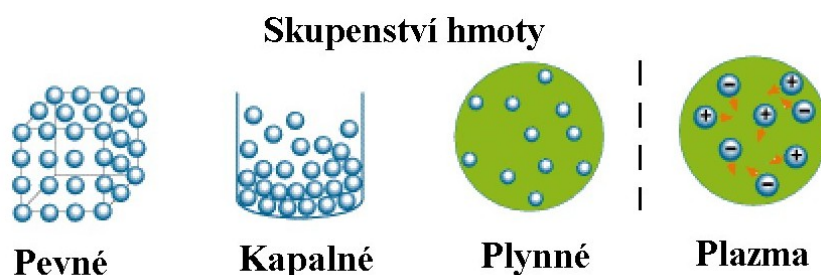
Obr. 19 Princip tavení při procesu Exo-Melt™ [5]

5.6. Plazma a její využití v metalurgii

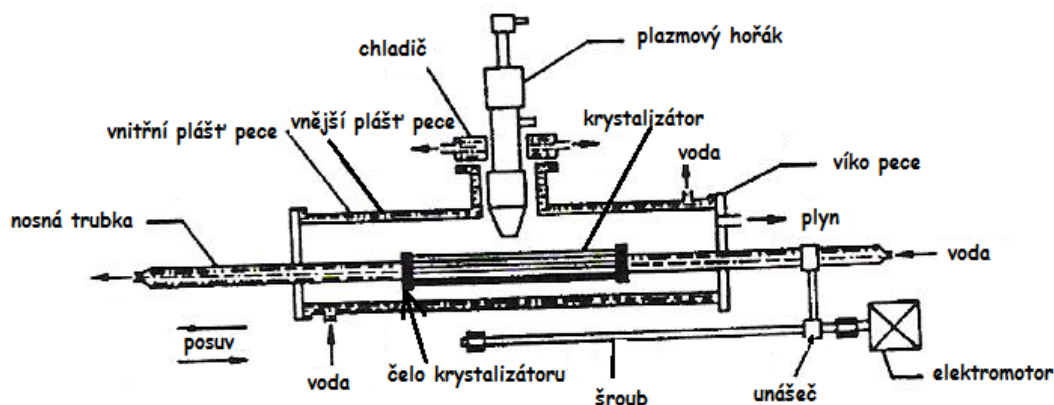
Plazma je ionizovaný plyn, který je složený z kvazineutrálních částic s volnými nosiči nábojů (obr. 20). Vyznačuje se tedy stejným počtem kladně i záporně nabitých částic. Považuje se za čtvrté skupenství hmoty, jež vzniká při velmi silném ohřevu plynné, kapalné či pevné látky. Částice vykazují kolektivní chování. To znamená, že nabité částice mají silný vliv na pohyb dalších nabitých částic na poměrně dlouhou vzdálenost. Další vlastností je vysoká vodivost, která je způsobena právě přítomností volných nábojů. Je specifická reakcí s elektrickým i magnetickým polem.

Plazma se využívá také v metalurgii především pro výrobu kovů s vysokou teplotou tavení. Představuje tak další možnou metodu přípravy slitin na bázi Ni-Al-Mo. Výhodou při použití plazmové pece je možnost odplynění kovu vlivem nízkým parciálních tlaků plynů, poměrně jednoduchá regulovatelnost teploty, vysoká rychlost tavení a možnost použití oxidační, redukční nebo inertní atmosféry. Ve srovnání s obloukovými pecemi nedochází ke znečištění vsázky grafitem. Při tavení reaktivních kovů je zapotřebí použití argonu o vysoké čistotě z důvodu zamezení reakce mezi taveným kovem a nečistotami, proto je argon podroben procesu dočištění před jeho použitím v peci.

Na obrázku 21 je zobrazeno schéma plazmové pece s horizontálním krystalizátorem pracující na principu zonálního tavení v prostředí argonu. Používá se argon o čistotě minimálně 3N8. Součástí krystalizátoru je vodou chlazená lodička na bázi mědi. Produktem jsou ingoty o hmotnosti přibližně 1000 - 2000 g. Ingoty dosahují délky 400 mm. Tato pec, vyvinutá na VŠB v Ostravě dosahuje maximálního elektrického příkonu 70 kW. Maximální hmotnost vsázky je 2 kg a teplota plazmatu může být až 20 000 K. Vsázkou, která je vložena do pece postupně prochází zóna roztaveného kovu, při dané rychlosti posuvu. Teplo, potřebné pro proces tavení je zajištěno pomocí plazmového hořáku, ze kterého vychází proud plazmatu [32-35].



Obr. 20 Skupenství hmoty [34]

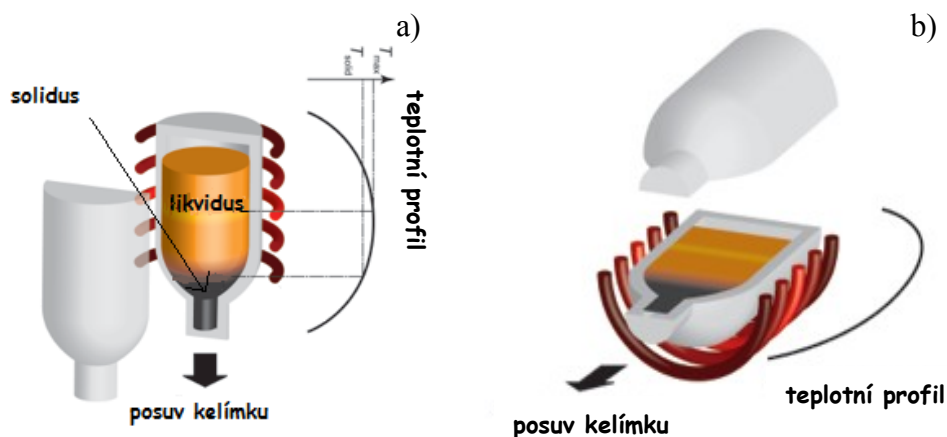


Obr. 21 Schéma plazmové pece s horizontálním krystalizátorem [35]

5.7. Bridgmanova metoda

Bridgmanova metoda, realizovaná v horizontálním nebo vertikálním směru je jednou z nejstarších technik používaných pro růst krystalů. Pro růst krystalů válcového tvaru se využívá vertikální směr. Princip metody je založen na posuvu kelímku obsahující roztavený materiál podél osy teplotního gradientu v peci, přičemž dochází k řízenému tuhnutí taveniny. Vsázka společně se zárodkem krystalu je umístěna ve spodní části kelímku.

Nejprve je vsázka roztavena. Zároveň tak vzniká kontakt mezi roztaveným materiálem a zárodkem. Poté se kelímek pomalu přesouvá do chladnější části pece. Následně probíhá směrová krystalizace taveniny a růst krystalu [36]. Schéma Bridgmanovy metody s použitím zárodku ve vertikálním i horizontálním uspořádání je na obrázku 22. Pomocí této metody mohou být také připraveny slitiny na bázi Ni-Al-Mo.



Obr. 22 Schéma Bridgmanovy metody a) ve vertikálním uspořádání, b) v horizontálním uspořádání [36]

6. Cíle práce

V současné době je vedena snaha o přípravu slitin s omezeným počtem legujících prvků. Do této skupiny spadají například slitiny na bázi Ni-Al-Mo. Proces výroby těchto slitin však není snadný, a to vlivem rozdílných teplot tání jednotlivých prvků a především vysoké teploty tání molybdenu (2622 °C). Je také cenově nákladný. Slitiny tohoto typu mohou být poté využity pro náročné aplikace, například pro výrobu lopatek turbín v leteckém průmyslu, neboť mohou být používány za vysokých teplot.

Cílem této diplomové práce je ověřit možný způsob přípravy slitin na bázi Ni-Al-Mo metodou vakuového indukčního tavení a gravitačního lití. Rovněž také možnost přípravy metodou indukčního tavení a odstředivého lití. Odlitky připravené těmito metodami budou hodnoceny z hlediska kvality a chemického složení. Na vzorcích bude dále provedeno zhodnocení strukturních a mikrostrukturních charakteristik, na základě jejichž výsledků bude posouzena vhodnost jednotlivých metod přípravy.

Dílčími cíli této práce je ověřit:

- nutnost použití předslitiny Ni-Mo,
- možnost použití metody vakuového indukčního tavení a gravitačního odlévání,
- možnost použití metody indukčního tavení a odstředivého odlévání,
- vhodný materiál tavicího kelímku,
- podmínky tavení,
- posouzení kvality odlitků a homogenity chemického složení po délce odlitku,
- zda je možné odlitky používat jako předslitiny pro proces směrové krystalizace.

Konečným cílem této práce je doporučení vhodného postupu přípravy slitin na bázi Ni₃Al-Mo pomocí dostupných zařízení a navrhnout další možné postupy výroby tohoto typu slitiny.

7. Praktická část

Praktická část této diplomové práce je věnována studiu vzorků slitin na bázi Ni-Al-Mo. Nominální složení připravovaných slitin je Ni-8Al-14Mo hm. %. Jedná se o ternární eutektické slitiny, které patří mezi směrově krystalizované kompozity in-situ. Tyto kompozity se skládají z molybdenových vláken, které jsou uloženy v matici Ni-Al [9,12,15]. Byly vyzkoušeny různé metody vhodné pro přípravu tohoto typu slitiny následně použitelné pro směrovou krystalizaci. Jednak byla ověřována metoda přímého vakuového indukčního tavení s následným gravitačním litím a metoda indukčního tavení s následným odstředivým litím včetně posouzení vhodnosti použití čistých kovů nebo předslitiny Ni-Mo jako vstupních surovin.

8. Příprava vzorků metodou vakuového indukčního tavení a gravitačního lití

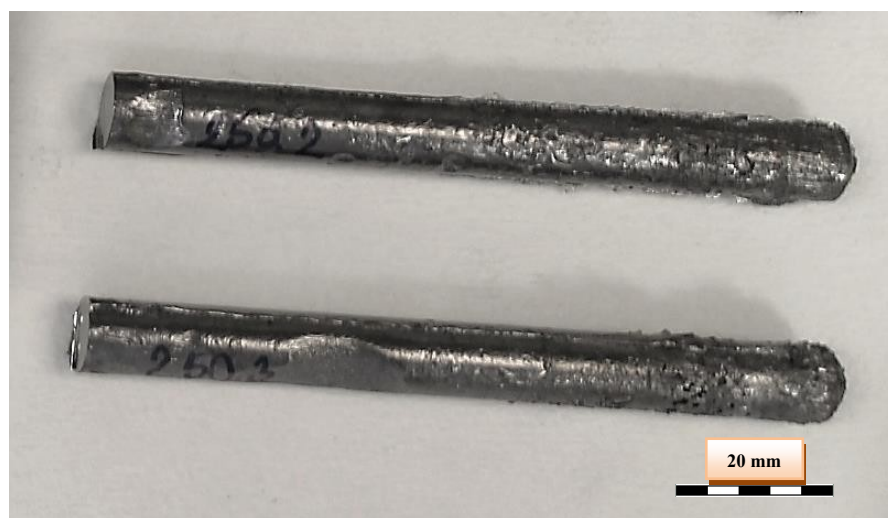
Pro přípravu vzorků na bázi Ni-Al-Mo metodou vakuového indukčního tavení byla použita vakuová indukční pec LEYBOLD. Při tomto experimentu bylo cílem ověřit, zda je možno slitinu připravit zcela běžným způsobem bez použití předslitiny Ni-Mo v běžném pecním agregátu. Vsázka byla tvořena čistými kovy, tudíž byl použit elektrolytický nikl o čistotě 3N, molybdenové dráty 2N8 a hliníkové dráty 3N.

Vzorky byly připravovány na Katedře slévárenství na Vysoké škole báňské – Technické univerzitě Ostrava. S ohledem na vysokou teplotu tání molybdenu, který je nutno tavit za vyšší teploty, byl při tavení použit grafitový kelímek. Předpokladem pro úspěšné roztavení všech složek vsázky byl fakt, že vznik fáze Ni-Al v průběhu tavení je silně exotermický [5,31]. Takto lze roztavit i kovy s vysokou teplotou tání, což se úspěšně využívá při běžně používaném procesu výroby niklových slitin procesem ExoMeltTM [5,31].

Tímto způsobem tavení byly připraveny odlitky, odlévané do grafitové kokily, ve tvaru tyčí o délce přibližně 100 mm a průměru 10 mm (obr. 23). Detail povrchu vzorku je zobrazen na obrázku 24. Výsledný materiál byl vysoce křehký a tvrdý. Z každého odlitku bylo získáno několik tyčí o průměru 10 mm s označením 247, 248, 249 a 250.



Obr. 23 Odlitek slitiny na bázi Ni-Al-Mo



Obr. 24 Odlitky ve tvaru tyčí

Na vybraných tyčích v litém stavu bylo stanoveno chemické složení pomocí optického emisního spektrometru kovů SPECTROMAXx. Výsledky analýzy jsou uvedeny v tabulce 2. Po odlití mají jednotlivé vzorky přibližně stejné chemické složení odpovídající slitině Ni-8Al-14Mo.

Tab. 2 Výsledky analýzy chemického složení vzorků v litém stavu

Označení vzorku	Obsahy prvků [hm. %]		
	Ni	Al	Mo
247.3	78,34	7,45	12,52
248.1	78,48	7,55	12,28
249.3	78,69	7,46	12,11
250.3	78,59	7,52	12,14

8.1. Vzorky v usměrněném stavu

Jedním z cílů této práce je příprava slitin na bázi Ni-Al-Mo vhodných jako předslitin pro proces směrové krystalizace. Z tohoto důvodu byla část vzorků směrově krystalizována Bridgmanovou metodou, rychlostí 20 mm/h, 50 mm/h a 100 mm/h. Vzorek po směrové krystalizaci je znázorněn na obrázku 25.



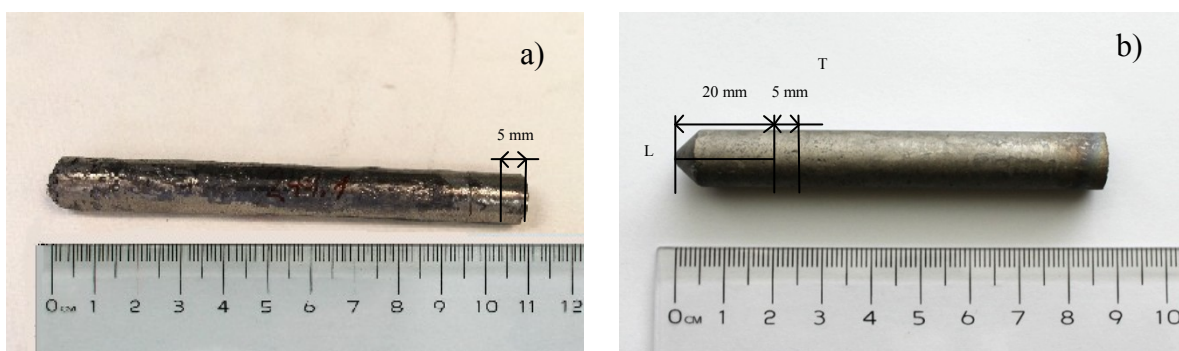
Obr. 25 Vzorek po směrové krystalizaci

8.2. Příprava vzorků na hodnocení strukturních charakteristik

Vzorky v litém i usměrněném stavu byly připraveny na hodnocení strukturních charakteristik. Vybrané vzorky byly řezány na jednotlivé části (podélný a příčný řez), aby mohly být podrobeny metalografickému zkoumání. Na obrázku 26 je naznačen způsob odběru podélného (L) a příčného řezu (T) u litého vzorku a vzorku po směrové krystalizaci. V tabulce 3 je uveden souhrn všech hodnocených vzorků.

Tab. 3 Přehled hodnocených vzorků

Označení vzorku	Stav	Rychlost [mm/h]
247.3	<i>Litý</i>	
248.1		
249.3		
250.3		
247.2	<i>Usměrněný</i>	20
247.1		50
248.2		100
248.3		100



Obr. 26 Schéma odběru vzorků a) v litém stavu - 249.1, b) v usměrněném stavu - 248.2

Podélné a příčné řezy litých i směrově krystalizovaných vzorků byly následně zalisovány do bakelitu na zařízení MTH Standard 30 a ECOPRESS 100. Byl použit bakelit Duroplast schwarz. Jedná se o elektricky vodivou pryskyřici s obsahem grafitu. Použitím tohoto bakelitu je možné zkoumat vzorky na skenovacím elektronovém mikroskopu. Zalisované vzorky byly podrobeny broušení na přístroji MTH kompakt 1031. Pro broušení byly použity brusné papíry o zrnitosti P60 až P1500, vyrobené z karbidu křemíku. Poté byly vzorky leštěny na kulečnickovém plátně, určeném pro leštění vzorků. Leštění bylo prováděno na stejném přístroji určeném pro broušení. Leštění probíhalo pomocí hlinky (Al_2O_3) nejprve o zrnitosti 1 μm a poté 0,3 μm . Vzorky byly leštěny do zrcadlového lesku a poté opláchnuty vodou a lihobenzínem a nakonec vysušeny proudem teplého vzduchu.

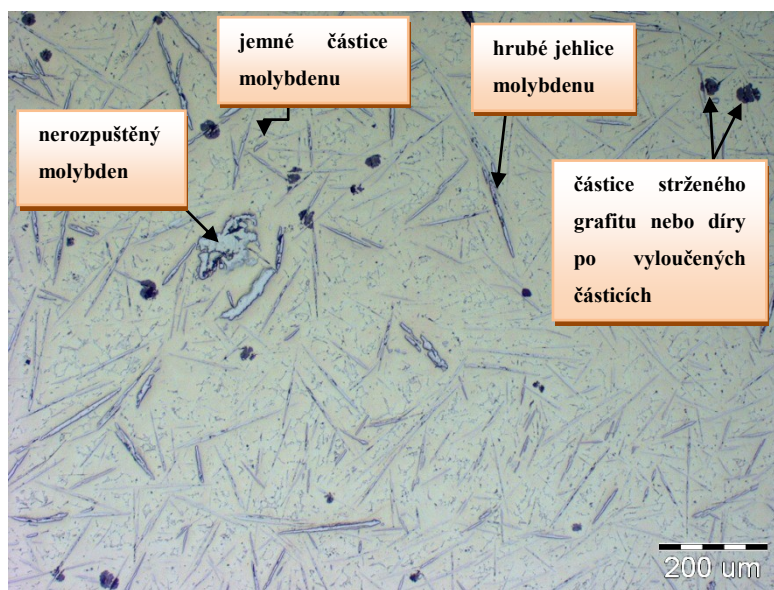
V dalším kroku byly vzorky leptány za účelem zviditelnění struktury. Pro leptání byla použita směs kyselin HNO_3 , HCl a H_2SO_4 , v poměru 1:1:1. Leptání trvalo přibližně jednu

minutu. Po naleptání byly ihned vzorky omyty pod proudem vody, přeštěněny na leštícím plátně a poté opět omyty vodou, lihobenzínem a nakonec vysušeny proudem teplého vzduchu. Takto byly vzorky již připraveny k pozorování mikrostruktury. Studování mikrostruktury bylo prováděno na inverzním metalografickém mikroskopu OLYMPUS GX 51 s digitální kamerou OLYMPUS DP12.

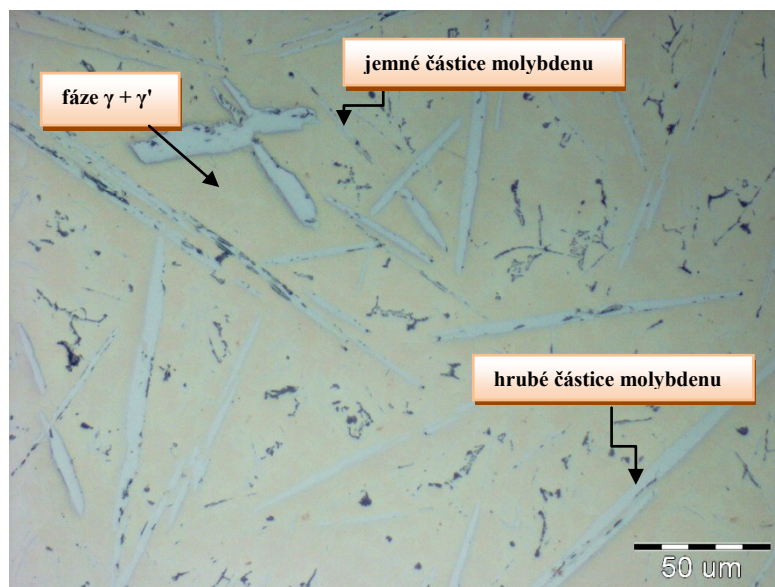
8.3. Vyhodnocení mikrostruktury

8.3.1. Slitina v litém stavu

Mikrostruktura byla studována při různých zvětšeních. K hodnocení mikrostruktury byl používán program AnalySIS auto. Na obrázku 27 a 28 je zobrazena mikrostruktura litého vzorku 249.3. Vzorek je tvořen základními fázemi Ni_3Al (γ') s určitým podílem molybdenu a tuhým roztokem hliníku a molybdenu v niklu (γ). Na snímcích lze také pozorovat hrubé i jemné jehlice molybdenu. Tmavé kulovité útvary jsou pravděpodobně částice strženého grafitu nebo díry po vyloučených částicích.



Obr. 27 Mikrostruktura vzorku 249.3



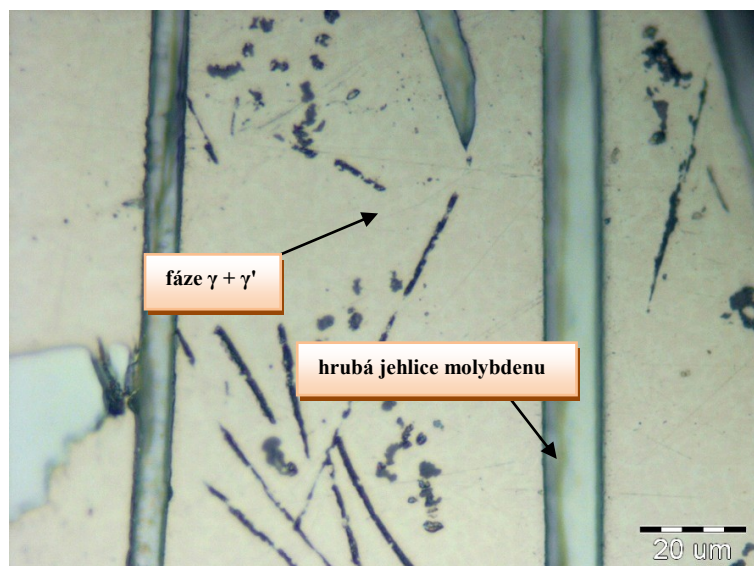
Obr. 28 Mikrostruktura vzorku 249.3 - detail

8.3.2. Slitina v usměrněném stavu

Pozorovaná mikrostruktura vzorku 247.1 po směrové krystalizaci (rychlost 50 mm/h) je zobrazena na obrázku 29 a 30. Obrázek 29 pochází z oblasti přechodu mezi špičkou a tělem vzorku. Vzorek je tvořen fázemi $\gamma + \gamma'$. Jsou zde vidět i drobné molybdenové částice v oblasti špičky a hrubé jehlice molybdenu v oblasti těla vzorku. Hrubé jehlice molybdenu jsou detailněji zobrazeny na obrázku 30, kde je také mimo jiné lehce naznačena tmavší oblast fáze γ' a světlá oblast (síťová) fáze γ .



Obr. 29 Mikrostruktura vzorku 247.1 po směrové krystalizaci

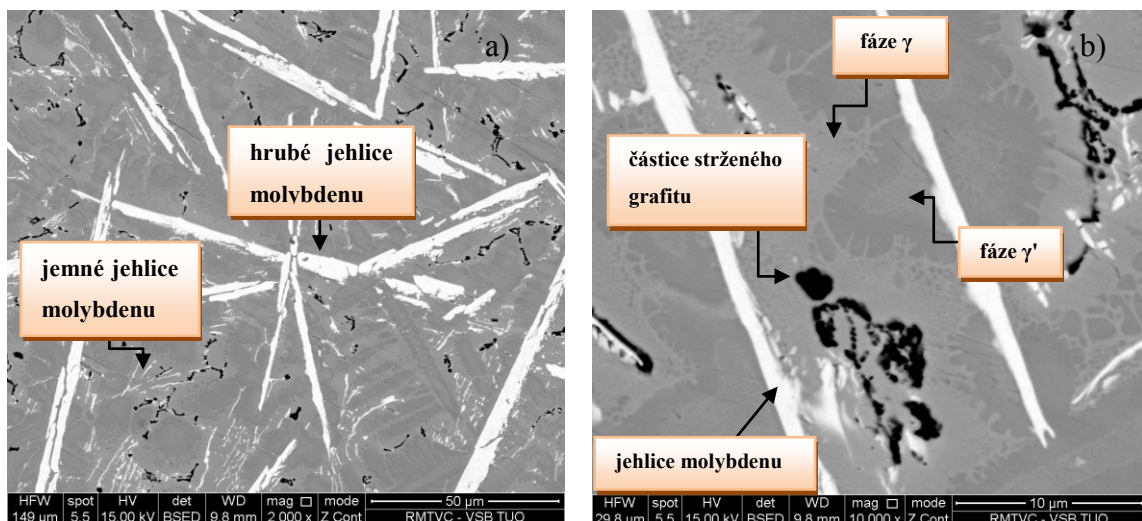


Obr. 30 Mikrostruktura vzorku 247.1 po směrové krystalizaci - detail

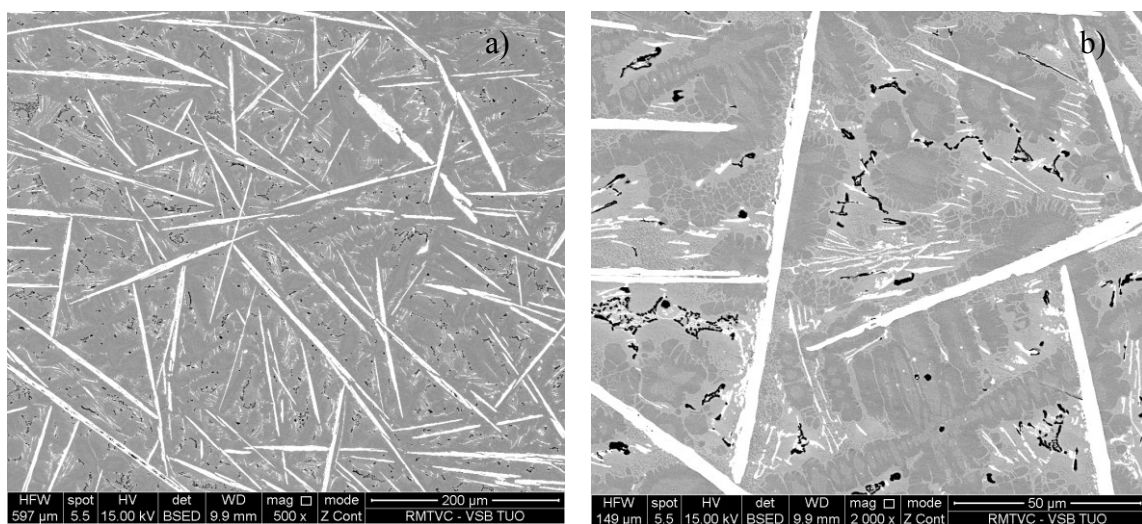
8.4. Fázová analýza

Mikrostruktura u vybraných vzorků byla hodnocena také pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu QUANTA FEG 450, vybaveného sondou APOLLO X. Lité vzorky 249.1 a 250.3 jsou zobrazeny na obrázku 31 a 32 při různých zvětšeních. Na snímcích jsou vidět jemné i hrubé molybdenové částice, fáze $\gamma + \gamma'$ a pravděpodobně částice strženého grafitu nebo díry po částicích. Mikrostruktura směrově krystalizovaného vzorku 248.2 je zobrazena na obrázku 33 v oblasti těla i špičky vzorku. V oblasti těla i špičky jsou opět vidět jemné i hrubé molybdenové částice i částice strženého grafitu, kdy molybdenové částice v oblasti těla jsou poněkud delší než v oblasti špičky. Toto je pravděpodobně způsobeno vlivem nedokonalého rozpuštění molybdenu při přípravě slitiny.

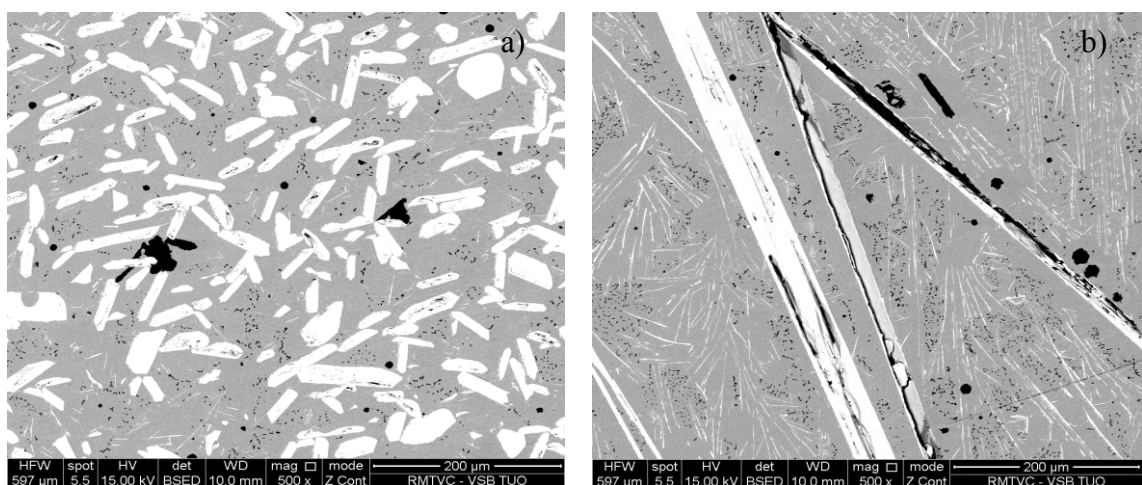
Při srovnání obr. 32 a) a 32 b) je velmi dobře patrné, že po směrové krystalizaci došlo k nárůstu velikosti molybdenových částic. Vlivem směrové krystalizace však nedošlo k usměrnění orientace těchto jehlic molybdenu ve směru odvodu tepla a nedošlo tak pozitivnímu usměrnění struktury do podoby „vláknitého kompozitu“, jak je uvedeno na obr. 11 (teor.).



Obr. 31 a) Mikrostruktura litého vzorku 250.3, b) detail



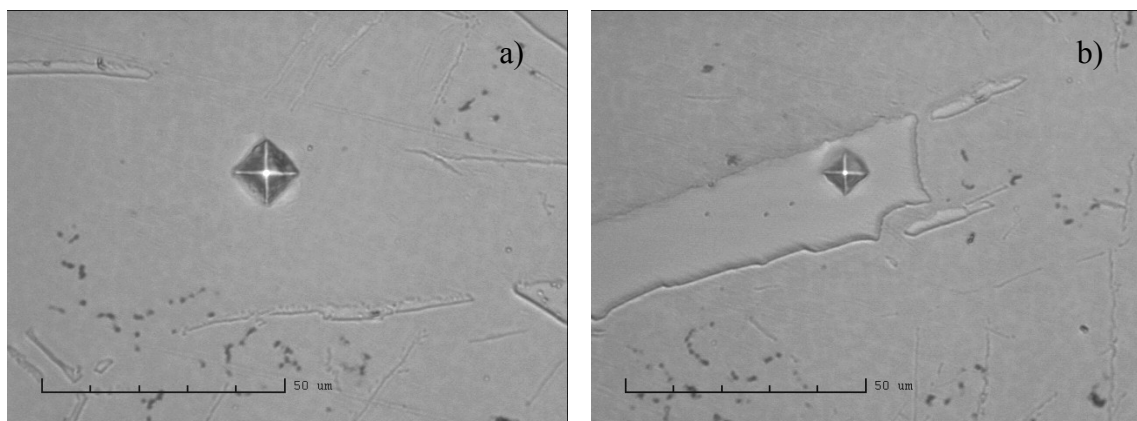
Obr. 32 a) Mikrostruktura litého vzorku 249.1, b) detail



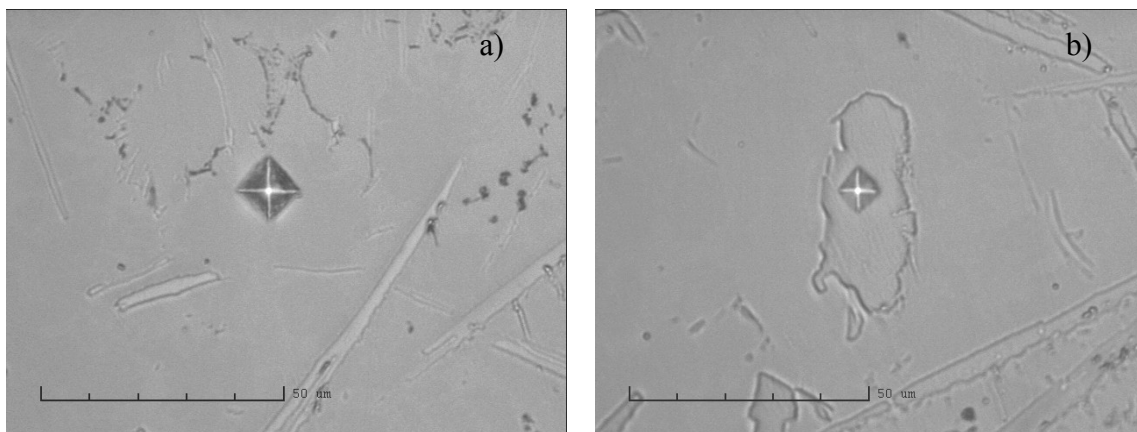
Obr. 33 Mikrostruktura směrově krystalizovaného vzorku 248.2 a) v oblasti špičky, b) v oblasti těla

8.5. Hodnocení mikrotvrdosti

Stanovení mikrotvrdosti probíhalo na vzorcích ve vyleštěném stavu. Mikrotvrdost byla měřena u litých i směrově krystalizovaných vzorků. Měření bylo provedeno na mikrotvrdoměru FM-100 s řídicí jednotkou FM-ARS 900 se zatížením HV 0.05. Na obrázcích 34 a 35 lze pozorovat tvar vpichu do matrice a molybdenové částice vzorků v litém i usměrněném stavu. Na každém vzorku byla vyhodnocena celková průměrná mikrotvrdost a průměrná mikrotvrdost vyskytujících se fází. Výsledky měření jsou uvedeny v tabulce 4.



Obr. 34 Měření mikrotvrdosti jednotlivých fází ve vzorku 248.3 a) v matrici, b) v molybdenové částici (usměrněný stav)



Obr. 35 Měření mikrotvrdosti jednotlivých fází ve vzorku 249.3 a) v matrici, b) v molybdenové částici (litý stav)

Tab. 4 Výsledky měření mikrotvrdosti v matrici a molybdenových částicích

Slitina [hm. %]	Označení	Stav	Rychlost [mm/h]	HV 0.05 - matrice [-]	HV 0.05 – molybdenové částice [-]
Ni-8Al-14Mo	247.3	<i>litý</i>		478 ± 24	513 ± 364
	249.1	<i>litý</i>		501 ± 69	764 ± 86
	249.3	<i>litý</i>		557 ± 30	969 ± 150
	250.3	<i>litý</i>		468 ± 42	768 ± 85
	247.2	<i>směrově krystalizovaný</i>	20	427 ± 56	1719 ± 1
	247.1	<i>směrově krystalizovaný</i>	50	405 ± 27	1671 ± 84
	248.2	<i>směrově krystalizovaný</i>	100	437 ± 8	1808 ± 29
	248.3	<i>směrově krystalizovaný</i>	100	443 ± 8	1619 ± 58

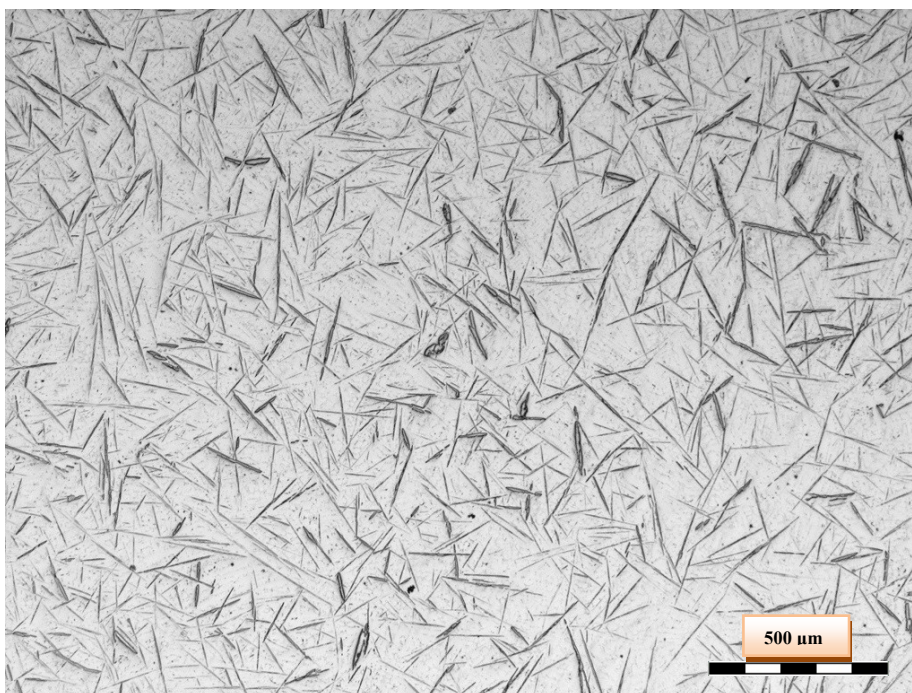
Matrice vykazuje mikrotvrdost v rozmezí 420-550 HV0.05 v litých i usměrněných vzorcích. Výrazné rozdíly v mikrotvrdosti jsou však patrné u mikrotvrdosti molybdenových částic. Po směrové krystalizaci byly naměřeny vysoké hodnoty, a to přibližně 1600 až 1800 HV0.05. To mohlo být způsobeno nárůstem velikosti těchto částic při směrové krystalizaci. Částice Mo v litých strukturách mají výrazně menší velikost a měření mikrotvrdosti může být ovlivněno okolím.

8.6. Stanovení objemového podílu molybdenových částic

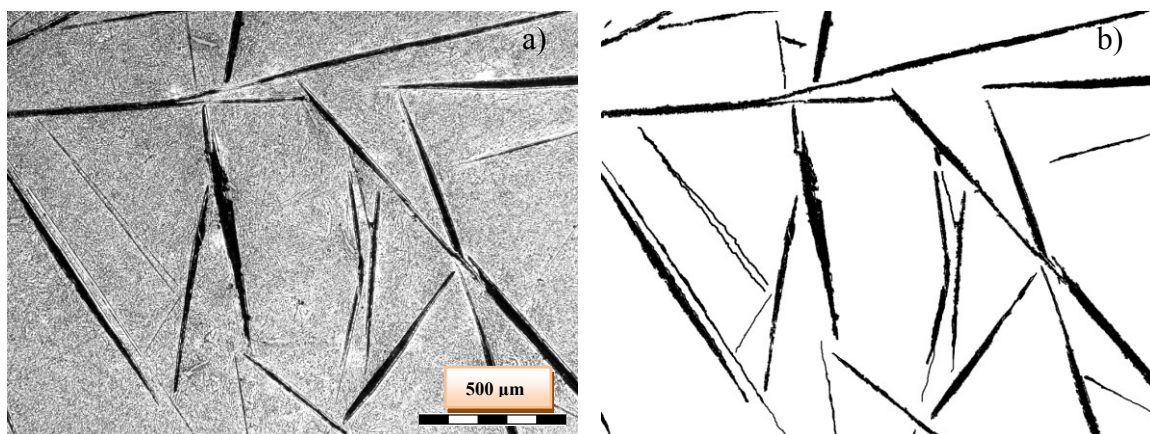
Objemový podíl molybdenových částic byl stanoven u litých i směrově krystalizovaných vzorků. Pro hodnocení se používal program AnalySIS auto. Všechny snímky byly pořízeny při zvětšení 50x. Na obrázku 36 je zobrazena struktura, na které byl stanoven objemový podíl částic molybdenu. Měření probíhalo na vzorcích v podélném (L) i příčném (T) směru. V podélném směru byl vzorek měřen v oblasti špičky a těla, neboť u vzorků po směrové krystalizaci došlo k přerozdělení molybdenových částic (obr. 29). U vzorků v podélném směru v oblasti těla nebylo ovšem snadné určit objemový podíl

molybdenových částic. Snímky, pořízené u těchto vzorků se následně musely upravit v programu Correl PHOTO-PAINT X3.

Výsledky měření jsou uvedeny v tabulce 5. U autorů článku [13], kteří připravovali tuto slitinu metodou drop casting, byla naměřena hodnota objemového podílu molybdenových vláken na 14%. Námi naměřené hodnoty u litých vzorků jsou v souladu s tímto zjištěním. U vzorků po směrové krystalizaci došlo k přerozdělení molybdenových částic, pravděpodobně vlivem jejich nedokonalém rozpuštění při přípravě slitiny, do dolní části vzorku při solidifikaci. Jak je patrné z tab. 5, v dolní části vzorku (špička) je hodnota objemového podílu molybdenu podstatně vyšší a v těle vzorku je naopak nižší. Tento efekt je nežádoucí. Na obrázku 37 a) je zobrazena struktura vzorku 247.1 a na obrázku 37 b) je snímek téhož vzorku upraven pro stanovení objemového podílu. Zajímavé je srovnání hodnot objemového podílu Mo částic v příčných řezech u usměrněných vzorků. Hodnoty u vzorků směrově krystalizovaných vyšší rychlostí 100 mm/h vykazují optimální podíl Mo ve struktuře přibližně 13-14 obj. %. Naopak vzorky usměrněné nižšími rychlostmi vykazují podstatně nižší hodnoty (vzorek 247.2 jen 8 obj. %).



Obr. 36 Mikrostruktura vzorku 247.3 pro stanovení objemového podílu molybdenových částic



Obr. 37 Snímek vzorku 247.1 v podélném směru v oblasti těla a) před úpravou, b) po úpravě

Tab. 5 Výsledky stanovení objemového podílu molybdenových částic

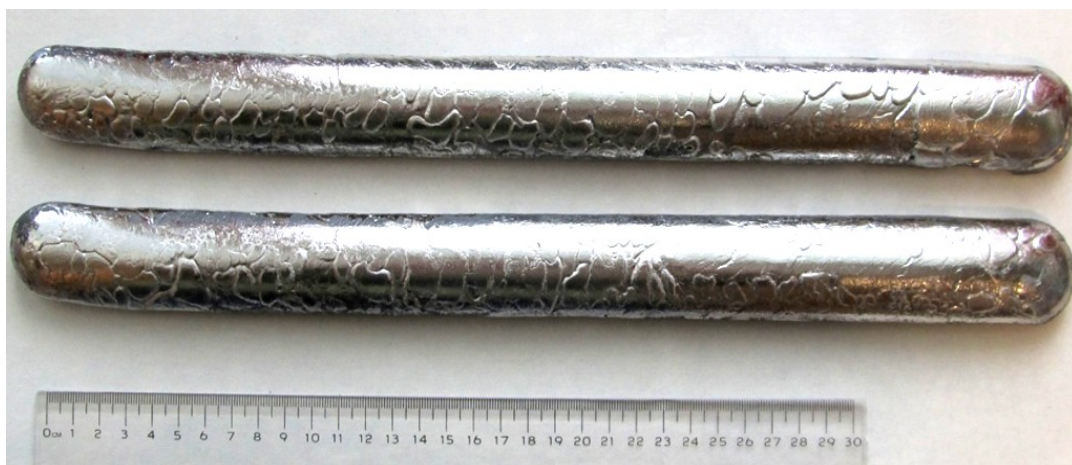
Stav	Označení vzorku	Směr	Část	Objemový podíl [%]	Odchylka měření [%]
Litý	247.3	T		16,42	1,11
	249.1	T		16,06	1,43
	249.3	T		15,97	1,65
	250.3	T		13,49	0,96
Směrově krystalizovaný	247.2	T		8,32	0,32
		L	Špička	39,32	1,71
		L	Tělo	13,14	3,92
	247.1	T		11,73	3,04
		L	Špička	31,23	2,10
		L	Tělo	16,77	1,94
	248.2	T		13,23	1,18
		L	Špička	36,11	0,13
		L	Tělo	11,64	2,49
	248.3	T		14,01	0,1
		L	Špička	30,58	1,39
		L	Tělo	21,27	2,65

Vzorky připravené tímto způsobem nevykazují příliš dobré strukturní charakteristiky. Vzorky jednak nevykazují optimální rozpuštění molybdenu ve slitině a dále pak došlo ke znečištění struktury grafitem z použitého grafitového kelímku. Exotermický efekt vzniku fáze Ni-Al nebyl v tomto případě dostatečný s ohledem na velký podíl molybdenu ve slitině a malé množství celkové vsázky. Tato metoda byla ověřena a nelze ji jednoznačně doporučit pro přípravu tohoto typu slitin. Po procesu směrové krystalizace dochází k nekontrolovatelnému nárůstu molybdenových částic, přičemž ale nedojde k jejich žádoucímu usměrnění ve směru odvodu tepla (růstu). Přesto struktura vykazuje charakter kompozitu zpevněného krátkými vlákny s náhodnou orientací vláken.

9. Příprava vzorků metodou indukčního tavení a odstředivého lití

S ohledem na předchozí zkušenosti byly další experimentální vzorky připravovány z předslitiny Ni-Mo v podobě kratších tyčí jednotlivě tavených a odlévaných. Pro přípravu slitiny byla tentokrát použita metoda indukčního tavení a odstředivého lití. Vzorky byly připraveny v zařízení na odstředivé odlévání kovů a slitin Supercast 13. Tavení bylo provedeno v korundovém kelímku a odlití do grafitové kokily. Toto zařízení pracuje na základě indukčního ohřevu s maximální teplotou tavení 2000 °C a rychlostí odstředování 100-500 ot./min. Vsázka je natavena v prostředí vakua nebo argonu. Zařízení vyrábí přesné odlitky a lze ho využít, také pro výrobu odlitků dentálních a klenotnických aplikací [37].

V tomto případě pro přípravu vzorků byla použita předslitina Ni-15Mo (hm. %). Předslitina byla vícenásobně přetavena v horizontální plazmové peci v ochranné atmosféře argonu. Výsledná slitina Ni-Mo je na obrázku 37 a její nominální složení je uvedeno v tab. 6.



Obr. 37 Předslitina Ni-15Mo

Tato předslitina byla použita pro indukční tavení a odstředivého lití v zařízení Supercast 13 (obr. 38). K dolegování byl použit elektrolytický nikl o čistotě 3N a hliníkový drát o čistotě 3N. Na obrázku 39 je zobrazen odlitek připravení výše uvedeným způsobem.



Obr. 38 Supercast 13 [36]



Obr. 39 Schéma litého vzorku 253.4

V rámci experimentu bylo připraveno několik typů slitin s proměnlivým obsahem molybdenu, přičemž chemické složení slitin bylo odvozeno od slitiny IC6SX s nominálním složením Ni-8Al-14Mo hm. %. Nominální složení připravovaných slitin je uvedeno v tabulce 6. Na litých vzorcích byla opět provedena analýza chemického složení pomocí optického emisního spektrometru kovů SPECTROMAXx a získané výsledky byly dodatečně ověřeny

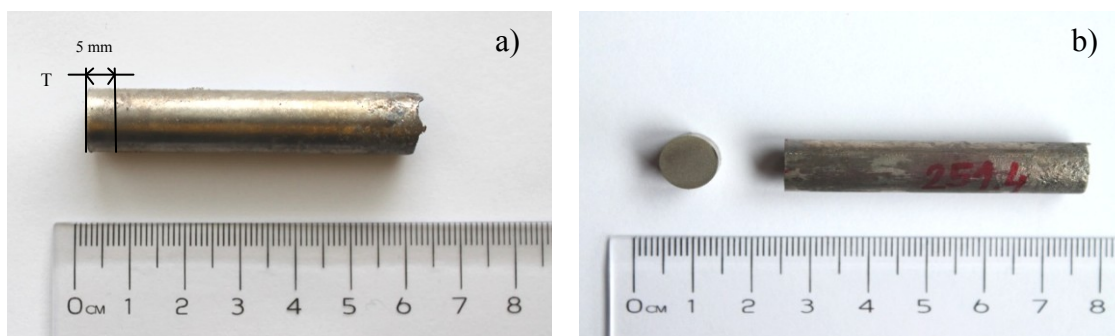
rentgenovým spektrometrem Delta Professional. Výhodou tohoto rentgenového spektrometru je možnost stanovení obsahu prvků po délce vzorku bez nutnosti dělení vzorku. Lze tak odhalit případné nehomogenity složení po délce vzorku. Naměřené hodnoty, které jsou uvedeny v tabulce 7, odpovídají požadovanému složení (tab. 5). Ze vzorků po odlití byly připraveny podélné a příčné řezy dělením podle daného schématu (obr. 40) pomocí elektroerozivní drátové řezačky typu EDM CHMER W5F.

Tab. 6 Požadované složení litých vzorků

Vzorek	Obsahy prvků [hm. %]		
	Ni	Al	Mo
Ni-15Mo	85,0	-	15,0
Ni-8Al-12,5Mo	79,5	8,0	12,5
Ni-8Al-11Mo	81,0	8,0	11,0
Ni-8Al-9,5Mo	82,5	8,0	9,5

Tab. 7 Výsledky analýzy chemického složení litých vzorků

Vzorek	Obsahy prvků [hm. %]		
	Ni	Al	Mo
251.4	79,06	8,01	12,75
252.4	80,56	8,29	10,99
253.4	82,20	8,24	9,42

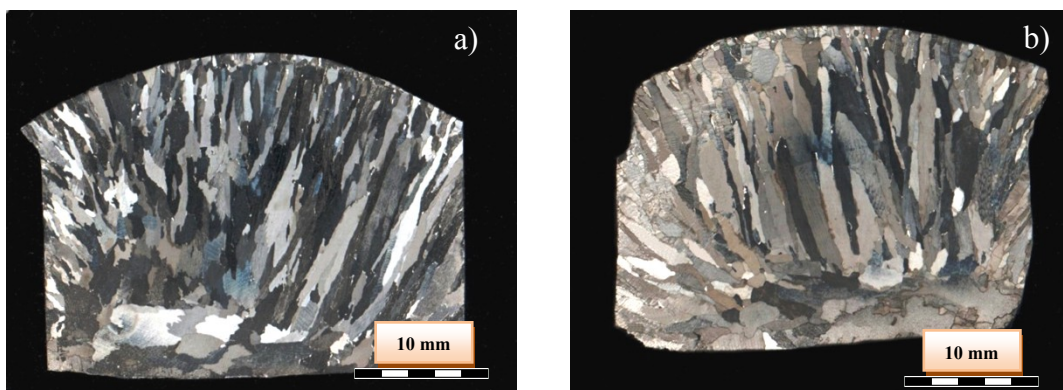


Obr. 40 Schéma vzorku 251.4 a) naznačení řezu, b) po použití elektroerozivní řezačky

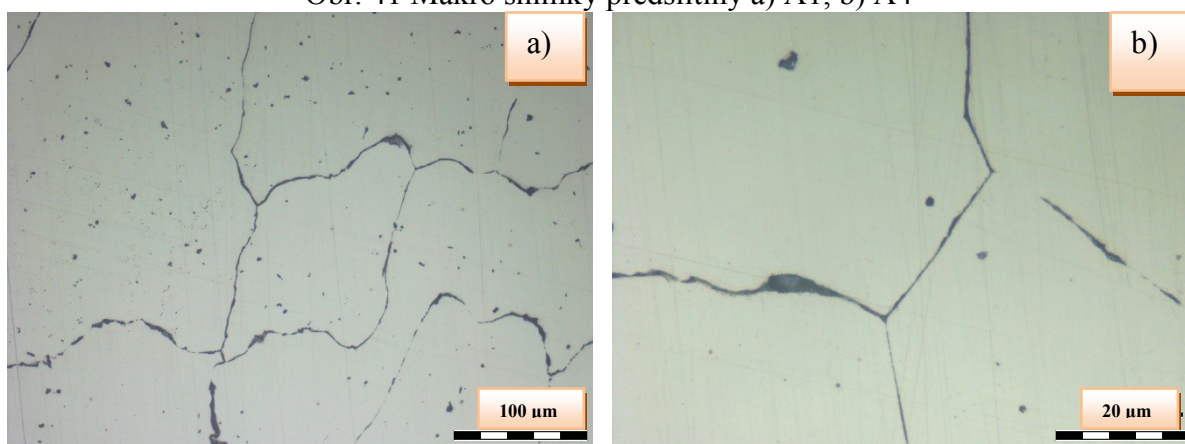
9.1. Hodnocení mikrostruktury

9.1.1. Předslitina Ni-Mo

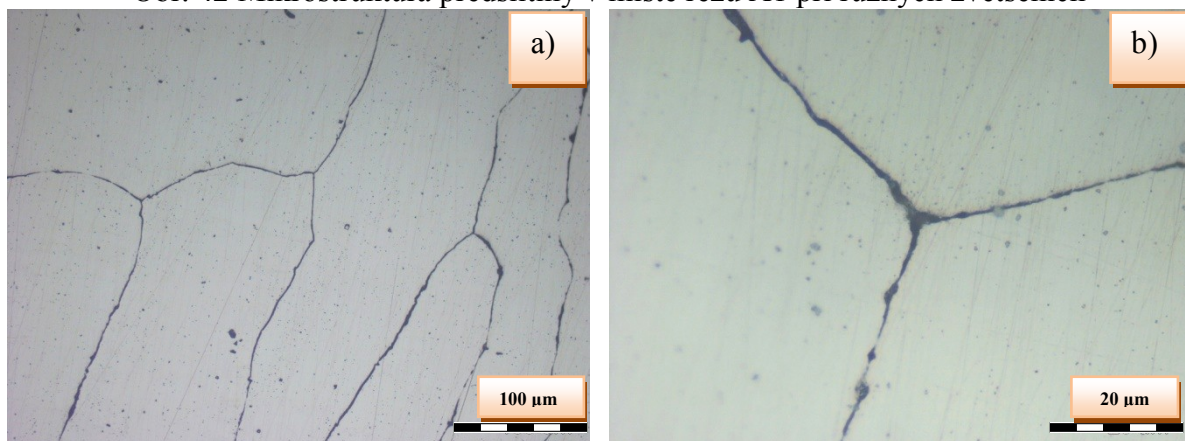
Vzorky pro pozorování struktury byly připraveny obdobným způsobem, jako předešlé vzorky uvedené v kapitole 8. Na obrázku 41 jsou zobrazeny makro snímky předslitiny Ni-15Mo (hm. %) z různých míst řezu po délce vzorku (A1, A4). Mikrostruktura předslitiny je dále zobrazena na obrázku 42 a 43.



Obr. 41 Makro snímky předslitiny a) A1, b) A4



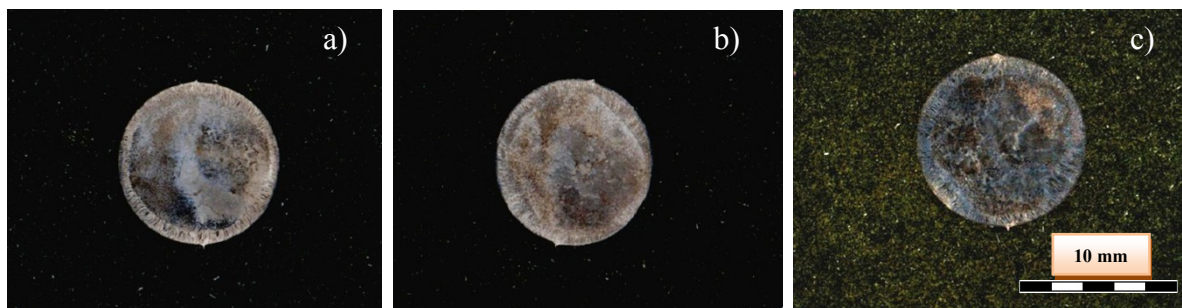
Obr. 42 Mikrostruktura předslitiny v místě řezu A1 při různých zvětšeních



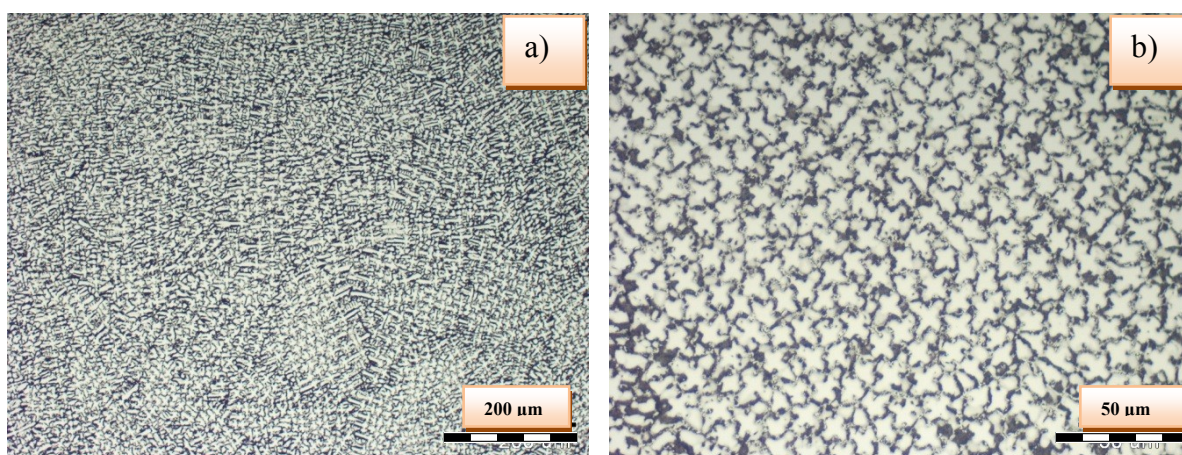
Obr. 43 Mikrostruktura předslitiny v místě řezu A4 při různých zvětšeních

9.1.2. Litý stav

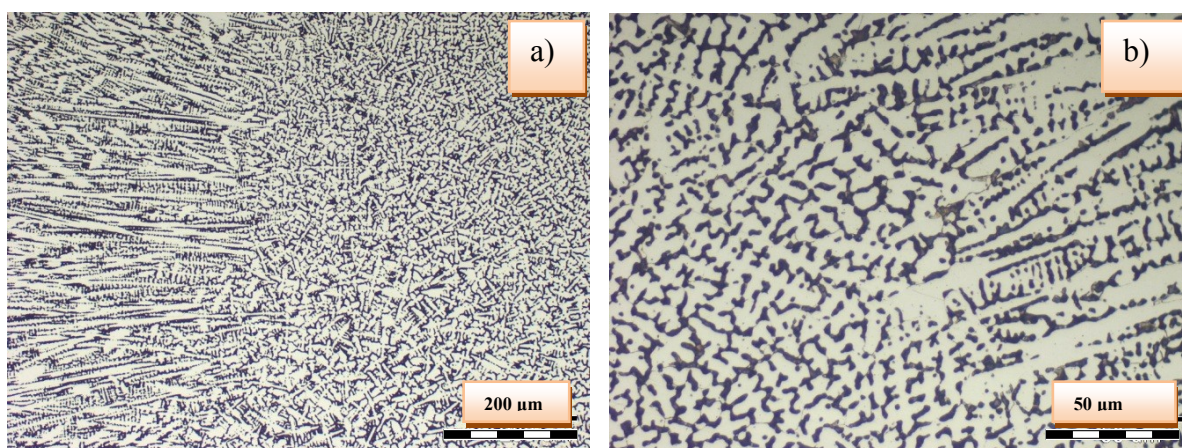
Na obrázku 44 jsou zobrazeny makro snímky odlévaných vzorků o různém složení. Snímky 45 až 47 zobrazují mikrostrukturu vzorků v litém stavu v příčném řezu.



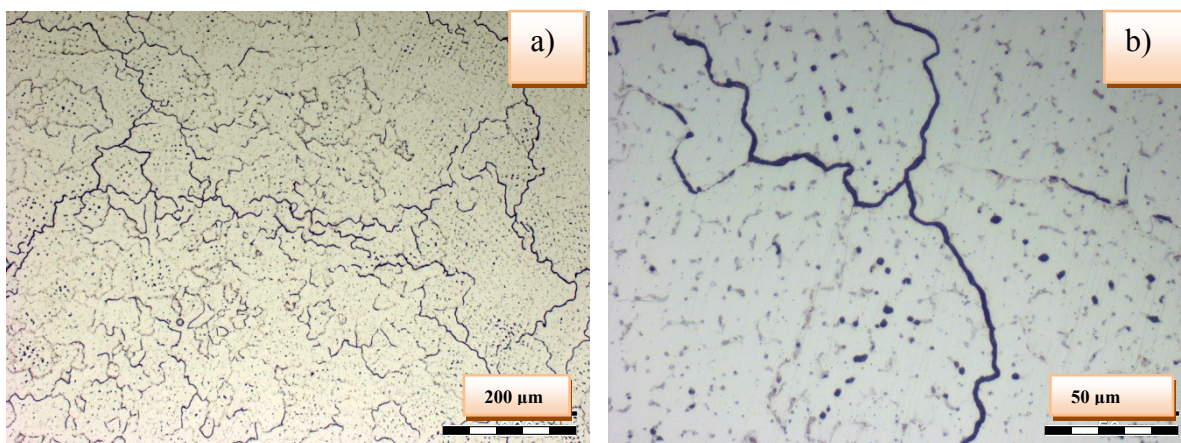
Obr. 44 Makrosnímky litých vzorků: a) 251.4, b) 252.4, c) 253.4



Obr. 45 Mikrostruktura litého vzorku 251.4 při různých zvětšeních



Obr. 46 Mikrostruktura litého vzorku 252.4 při různých zvětšeních



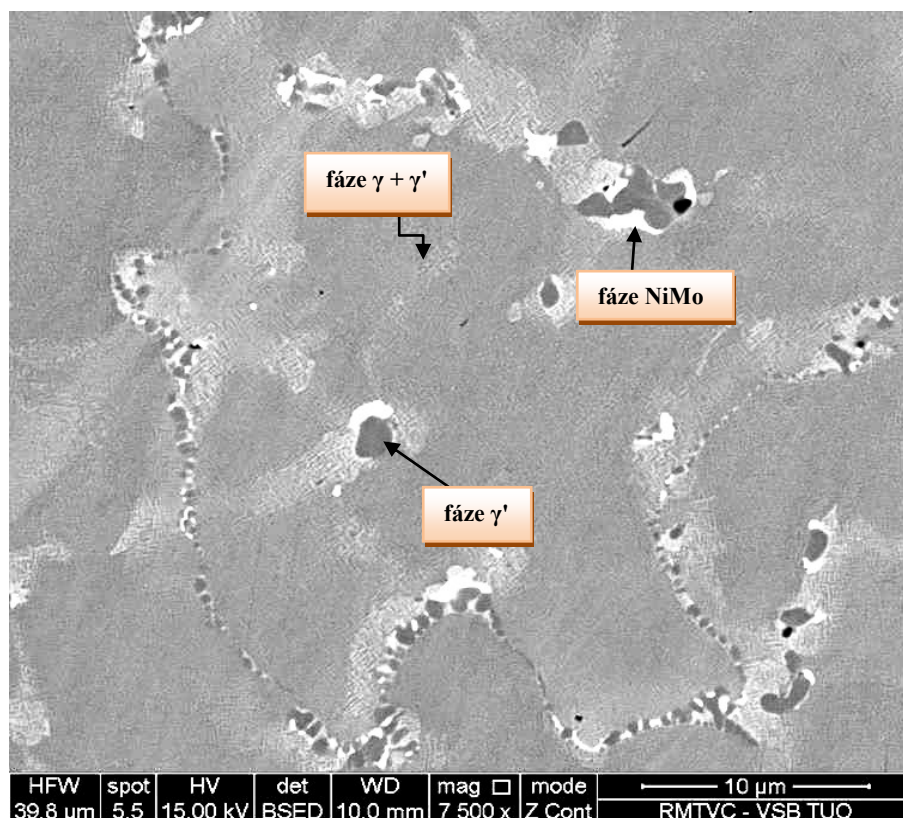
Obr. 47 Mikrostruktura litého vzorku 253.4 při různých zvětšeních

Struktura slitin má dendritický charakter. Je tvořena fázemi γ' a γ . Výskyt fází obsahujících molybden bude ověřen pomocí skenovací elektronové mikroskopie. Struktura má odlišný charakter u slitin s vyšším obsahem molybdenu (obr. 45 a 46) a s nižším obsahem molybdenu (obr. 47). Charakter slitin odpovídá slitinám uvedeným v literatuře [16].

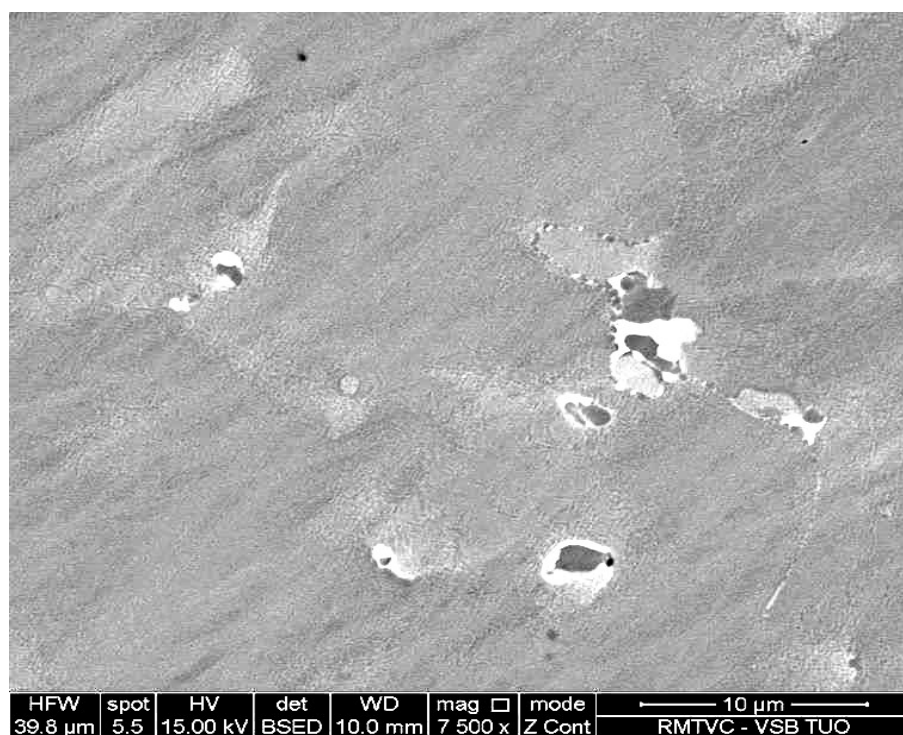
9.2. Fázová analýza

Na vybraných vzorcích byla provedena fázová analýza řádkovacím elektronovým mikroskopem. Na obrázku 48 a 49 je zobrazena mikrostruktura litých vzorků 251.4 a 252.4. Na snímcích se nacházejí fáze $\gamma + \gamma'$ a NiMo, což odpovídá fázovému složení uvedenému v literatuře [38]. V tomto případě se jednalo o vzorky připravované metodou vakuového indukčního tavení s následnou směrovou krystalizací.

Bylo zjištěno, že tmavé oblasti jsou tvořeny fází γ , šedé oblasti fází γ' a světlé oblasti jsou fáze bohaté na molybden. Pomocí energiově disperzního spektrometru (EDS) byl ve fázích bohatých na molybden stanoven průměrný obsah molybdenu 58-60 %, niklu 38-40 % a hliníku 2-3 hm. %. Ve vzorku 251.4 se nachází více fází bohatých na molybden než ve vzorku 252.4, což odpovídá složení slitin (tab. 6). Ve struktuře vzorku 253.4 s nejnižším obsahem molybdenu se fáze bohaté na molybden nevyskytují a molybden je rozpuštěn v základní matici $\gamma + \gamma'$.



Obr. 48 Mikrostruktura litého vzorku 251.4



Obr. 49 Mikrostruktura litého vzorku 252.4

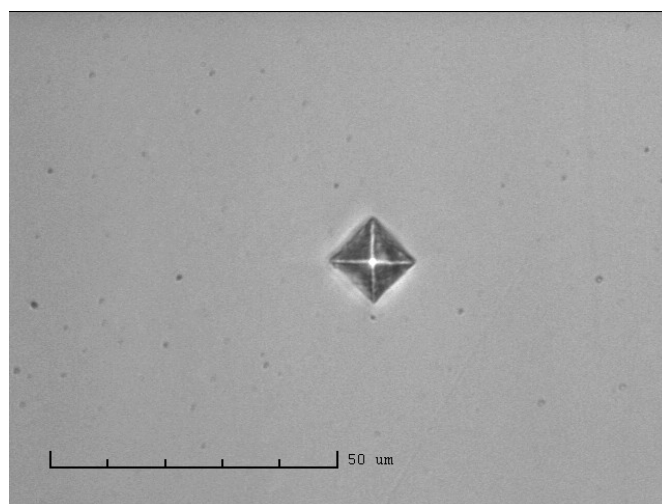
9.3. Hodnocení mikrotvrdosti

Hodnocení mikrotvrdosti bylo prováděno na litých vzorcích 251.4, 252.4 a 253.4 a na vzorcích předslitiny A1 a A4. Měření probíhalo na stejném zařízení, jako u vzorků vyrobených vakuovým indukčním tavením. Byla stanovena pouze průměrná mikrotvrdost na vyleštěném povrchu vzorků u jednotlivých vzorků. Mikrotvrdost jednotlivých fází nebyla stanovena, protože vyskytující se fáze byly velmi malé. Výsledky měření u jednotlivých vzorků jsou uvedeny v tabulce 8. Z výsledků měření je patrné, že mikrotvrdost klesá s klesajícím podílem molybdenu ve vzorcích. Mikrotvrdost byla stanovena i u předslitiny Ni-Mo. Zjištěné hodnoty jsou velmi nízké a blíží se svou hodnotou mikrotvrdosti slitiny s nejnižším obsahem molybdenu (253.4).

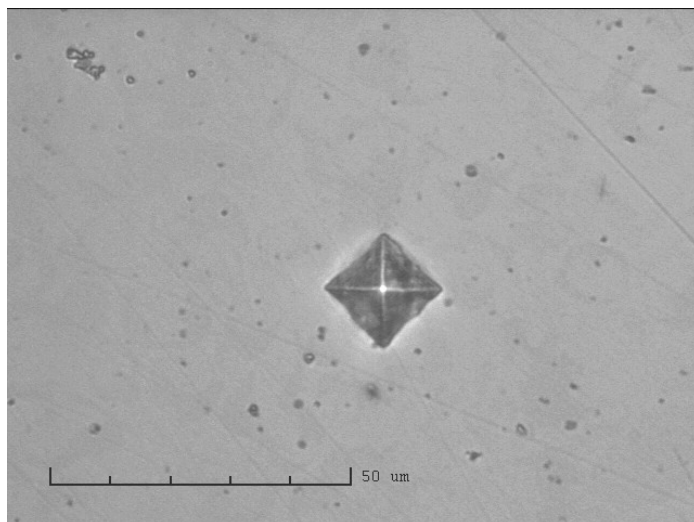
Snímky 50 a 51 zobrazují stopy po vpichu indentoru do lité struktury vzorku 251.4 a plazmově přetavené slitiny Ni-Mo v místě řezu A1.

Tab. 8 Výsledky měření mikrotvrdosti

Slitina [hm. %]	Označení vzorku	HV 0.05
Ni-8Al-12,5Mo	251.4	422 ± 13
Ni-8Al-11Mo	252.4	403 ± 6
Ni-8Al-9,5Mo	253.4	358 ± 5
Předslitina Ni-15Mo	A1	229 ± 8
	A4	220 ± 15



Obr. 50 Vpich indentoru do struktury litého vzorku 251.4



Obr. 51 Vpich indentoru do struktury předslitiny A1

Předslitina nebyla podrobně strukturně zkoumána, neboť byla určena na další přetavení. Na snímcích mikrostruktury nejsou zřetelné nerozpuštěné částice molybdenu, z čehož lze usuzovat, že molybden byl dokonale rozpuštěn při plasmovém přetavení. Objemový podíl u těchto slitin nebyl studován.

Vzorky připravené z předslitiny Ni-Mo indukčním tavením a odstředivým odléváním vykazují vhodné strukturní charakteristiky. U předslitiny i u samotných vzorků došlo k dobrému roztavení molybdenu a jeho zakomponování do základní struktury. Tato metoda byla ověřena a lze ji doporučit pro přípravu tohoto typu slitin určených pro následný proces směrové krystalizace.

10. Závěr

V rámci této diplomové práce byly vyzkoušeny různé metody vhodné pro přípravu slitin na bázi Ni-Al-Mo. Odlitky této slitiny by měly být následně použitelné pro proces směrové krystalizace. V první fázi experimentů byla ověřována metoda přímého vakuového indukčního tavení s následným gravitačním litím a poté metoda indukčního tavení s následným odstředivým litím včetně posouzení vhodnosti použití čistých kovů nebo předslitiny Ni-Mo jako vstupních surovin.

Vzorky připravené z čistých kovů metodou přímého vakuového indukčního tavení s následným gravitačním litím nevykazují příliš dobré strukturní charakteristiky. Takto připravené odlitky vykazují ve struktuře stopy po nedostatečném rozpuštění molybdenu ve slitině. S ohledem na vysoké teploty tání molybdenu byl při tomto způsobu přípravy použit grafitový kelímek, což vedlo ke znečištění struktury grafitem. Exotermický efekt vzniku fáze Ni-Al nebyl v tomto případě dostatečný s ohledem na velký podíl molybdenu ve slitině a malé množství celkové vsázky. Tento postup přípravy nelze jednoznačně doporučit pro přípravu tohoto typu slitin. Část odlitků byla použita pro směrovou krystalizaci. Při procesu směrové krystalizace dochází ke zvětšení molybdenových částic, přičemž ale nedojde k jejich žádoucímu usměrnění ve směru odvodu tepla. Tyto slitiny v usměrněném stavu mohou vykazovat charakter kompozitních materiálů typu „in-situ“. U připravených experimentálních slitin se tento efekt neprojevil. Litá struktura však vykazuje charakter kompozitu zpevněného krátkými vlákny s náhodnou orientací vláken.

Slitiny z předslitiny Ni-Mo bylo možno snadno připravit metodou indukčního tavení v atmosféře argonu a odstředivého odlévání. Vzorky vykazují dobré strukturní charakteristiky. U předslitiny i u samotných vzorků byl molybden dokonale rozpuštěn a vyskytuje se ve všech fázích v různém poměru. Struktura litých vzorků je multifázová a je tvořena fázemi $\gamma + \gamma'$ a ve slitinách s vyšším obsahem molybdenu se dále objevuje fáze NiMo, což je v souladu s údaji uváděnými v literatuře. Tato metoda byla ověřena a lze ji doporučit pro přípravu tohoto typu slitin určených pro následný proces směrové krystalizace.

Pro přípravu tohoto typu slitiny v běžných pecních agregátech lze doporučit použití předslitiny Ni-Mo a tavení v keramickém kelímku. I příprava předslitiny metodou pásmového plazmového přetavování má však svá úskalí. V průběhu tavení může docházet k přerozdělení molybdenu po délce vzorku. Pokud je však předslitina dobře připravena, pak lze předpokládat, že slitinu bude možno připravit oběma uvedenými metodami. Dále lze

doporučit použití metody tavení se studeným kelímkem (skull-melting). Poměrně rychlá metoda poskytuje produkty vykazující vysokou kvalitu a čistotu. Výhodou je také zajištění homogenní taveniny a nízké tepelné ztráty. V neposlední řadě lze doporučit i metodu Exo-Melt, patřící mezi metody vhodné pro přípravu reaktivních materiálů. Proces využívá exotermickou reakci, zajišťující nízkou spotřebu energie. Výhodou procesu je také kratší doba tavení. Rychlý ohřev vsázky zajistí odolnost proti oxidaci legujících prvků.

Seznam použité literatury:

- [1] HERNAS, A., JONŠTA, Z., et al. *Žárupevné oceli a slitiny*. Žilina, 2002, 392 s.
- [2] Superalloys: A primer and History. *TMS: The Minerals, Metals and Materials Society* [online]. USA, 2015 [cit. 2015-02-01]. Dostupné z: <http://www.tms.org/meetings/specialty/superalloys2000/superalloyshistory.html>.
- [3] DONACHIE, M. J., et al. *Superalloys: A Technical Guide*. 2. vyd. Materials Park, USA: ASM International, 2002. 439 s. ISBN-13: 978-0-87170-749-9.
- [4] BLEDA, E. A. Visualization. *Physics* [online]. Istanbul, 2013 [cit. 2015-02-01]. Dostupné z: <http://ebleda.com/old/phys/index.html>.
- [5] WESSEL, J. K. *The handbook of advanced materials: Enabling new designs*. 1. vyd. Oak Ridge, Tennessee, USA: Wiley-Interscience publication, 2004. 645 s. ISBN 0-471-45475-3.
- [6] GEBURA, M. Chemical composition and classification of single crystal nickel base superalloys. *Materiálový inženýr 2007-2009*. 2008. ISSN 1337-8953.
- [7] MAREŠ, P. *Žárupevné slitiny niklu používané v leteckém průmyslu*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, vedoucí práce Ing. K. Němec, Ph. D. Brno, 2010, 32 s.
- [8] Kompozitní materiály. *Ústav materiálového inženýrství: Fakulta strojní* [online]. ČVUT v Praze, Praha, 2014 [cit. 2015-02-05]. Dostupné z: http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/08/6_kompozitni-materialy.pdf.
- [9] GAY, D. *Composite materials: Design and Applications*. 3. vyd. USA: CRC Press, 2014. 635 s. ISBN 978-146-6584-877.
- [10] KAINER, K. U. Basic of metal matrix composites. *Wiley-Vch* [online]. © 2000-2015 [cit. 2015-02-11]. Dostupné z: http://umi.fs.cvut.cz/wpcontent/uploads/2014/08/6_kompozitni-materialy.pdf.
- [11] GUPTA, A. So, what are composites, again? *Arnab Gupta* [online]. USA, 2013 [cit. 2015-02-11]. Dostupné z: <http://arnaboocean.com/frontposts/2013-03-10-whatarecomposites/>.

- [12] DUDOVÁ, M. *Creep eutektika Ni-Al-Mo*. Diplomová práce, Masarykova univerzita, vedoucí práce prof. RNDr. A. Dlouhý, CSc., Brno, 2012, 61 s.
- [13] BARTÁK, T., et al. Metallurgy and properties of advanced NiAl-Mo eutectics. *Metal* 2010. 2010, roč. 19, s. 888-891.
- [14] Ternary diagrams, full composition range. *Alloy phase diagram database* TM [online]. USA, 2006-2013, veřejnosti nedostupné [cit. 2015-02-25]. Dostupné z: <<http://www1.asminternational.org/asmenterprise/APD/SearchAPD.aspx>>.
- [15] BEI, H., et al. Journal of applied physics 97, 123503 (2005). Thermal-expansion behavior of a directionally solidified NiAl-Mo composite investigated by neutron diffraction and dilatometry. *Journal of applied physics*. 2005, roč. 97.
- [16] LI, P., et al. Influence of solution heat treatment of microstructure and stress rupture properties of a Ni₃Al base single crystal superalloy IC6SX. *Intermetallics*. 2011, roč. 19, s. 182-186.
- [17] BEI, H., et al. Microstructures and mechanical properties of a directionally solidified NiAl-Mo eutectic alloy. *Acta materialia*. 2005, roč. 53, s. 69-77.
- [18] ISHAK, M., et al. The characteristics of unidirectional solidified Ni-Al-Mo alloys. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. 2012, roč. 43, č. 5, s. 182-186.
- [19] SEEMÜLLER, C. Influence of fiber alignment on creep in directionally solidified NiAl-10Mo in-situ composites. *Intermetallics*. 2013, roč. 35, s. 110-115.
- [20] Vacuum induction melting. *Consarc: An inductotherm group company* [online]. United Kingdom, 2014 [cit. 2015-03-02]. Dostupné z: <<http://www.consarc.com/pages/vim.html>>.
- [21] STEFANESCU, D. M. Vacuum induction melting. *ASM Handbook, Volume 15: Casting*. 9. vyd., 2008, s. 937. ISBN 978-0-87170-711-6.
- [22] SME Productions: Main steps for casting aluminium hose couplings. *SME* [online]. China, 2014 [cit. 2015-03-06]. Dostupné z: <<http://www.smecoupling.com/focus/201403/13/>>.

- [23] Strojírenství: Gravitační lití. *Studentske.cz* [online]. 2008 [cit. 2015-03-06]. Dostupné z: <<http://strojirenstvi.studentske.cz/2008/10/gravitan-lit.html>>.
- [24] Gravity die casting. *ExpertsMind.com* [online]. USA, 2012 [cit. 2015-03-06]. Dostupné z: <<http://www.expertsmind.com/questions/gravity-die-casting-3019940.aspx>>.
- [25] Centrifugal castings: What is centrifugal casting? *MetalTek International* [online]. USA [cit. 2015-03-08]. Dostupné z: <<https://www.metaltek.com/capabilities/processes/metal-casting/centrifugal-casting>>.
- [26] Centrifugal casting. *Custompart.net* [online]. United Kingdom, 2009 [cit. 2015-03-08]. Dostupné z: <<http://www.custompartnet.com/wu/centrifugal-casting>>.
- [27] Centricast steel tubes. *2M steel foundry* [online]. Italy [cit. 2015-03-08]. Dostupné z: <<http://www.2mfoundry.com/manufactory-foundry/centrifugal-casting-pipe.html>>.
- [28] MINÁŘ, M. *Výroba odlitků odstředivým litím*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, vedoucí práce Ing. P. Cupák, Ph.D., Brno, 2014, 31 s.
- [29] Induction skull melting. *Consarc: An inductotherm group company* [online]. USA, 2014 [cit. 2015-03-11]. Dostupné z: <<http://www.consarc.com/pages/ism.html>>.
- [30] Indukční tavení Skull-Melting-Technik. *Hospodářské noviny* [online]. Praha 8, 2005 [cit. 2015-03-11]. Dostupné z: <<http://ihned.cz/c1-16611830-indukcni-taveni-skull-melting-technik>>.
- [31] BALASUBRAMANIAN, M. *Composite materials and processing*. USA: CRC Press, 2013. 648 s. ISBN 978-143-9879-351.
- [32] What is plasma? *Aldebaran* [online]. Praha 6 [cit. 2015-03-19]. Dostupné z: <http://www.aldebaran.cz/astrofyzika/plazma/basics_en.html>.
- [33] Co je to plazma? *Ústav fyziky atmosféry: AV ČR, v.v.i.* [online]. Praha 4, 2011 [cit. 2015-03-19]. Dostupné z: <<http://www.ufa.cas.cz/html/climaero/topics/iono/definice.html>>.
- [34] Co znamená název Ústav fyziky plazmatu? *Ústav fyziky atmosféry: AV ČR, v.v.i.* [online]. Praha 4, 2011 [cit. 2015-03-19]. Dostupné z: <http://archiv.otevrena-veda.cz/index.php?p=co_znamená_název&site=ufp>.

- [35] KURSA, M., et al. *Paměťové materiály Ni-Ti-Me a možnosti řízení jejich transformačních charakteristik*. 1. vyd. VŠB-TUO, Ostrava, 2005. 155 s. ISBN 80-248-0894-3.
- [36] Crystal growth. *Alineason* [online]. Germany, 2013 [cit. 2015-03-24]. Dostupné z: <<http://www.alineason.com/index.php/en/knowhow/crystal-growth>>.
- [37] Zařízení na odstředivé odlévání kovů a slitin. *Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava: Výzkumná infrastruktura* [online]. Ostrava [cit. 2015-04-01]. Dostupné z: <http://www.fmmi.vsb.cz/export/sites/fmmi/rmtvc/cs/ke-stazeni/Aplikacni_listy/1_Minisupercast.pdf>.
- [38] ZHIGANG, K. Effects of temperature and stress on the creep behavior of a Ni₃Al base single crystal alloy. *Progress in natural science: Materials international*. 2013, roč. 23, č. 2, s. 205-210.